



UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CATALUÑA  
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE MATERIALES  
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICA DE  
BARRERAS TÉRMICAS POR APS Y EB-PVD DEGRADADAS POR  
FATIGA TÉRMICA Y POR CONTACTO

Presentado ante la Ilustre **Universidad Politécnica de Cataluña** como proyecto de fin de carrera en el área de Ingeniería de Materiales.  
Por la estudiante Suzanne Armengol Gonzalez.

Barcelona, Febrero 2006





## RESUMEN

Las superaleaciones de inconel con recubrimientos de barrera térmica generalmente se utilizan en el área aeroespacial para álabes de turbina de aviones. Durante servicio, la aleación se expone a temperaturas muy altas lo que puede implicar una degradación en sus propiedades. Por ello, se impusieron los sistemas TBC que constan en un conjunto de tres capas, el sustrato, la capa de unión “bond coat” y los recubrimientos de barrera térmica generalmente compuestos de circonita estabilizada con itria.

Estos recubrimientos TBC se depositan por dos métodos diferentes que son por APS y por EB-PVD y se utilizan para proteger a la aleación de los fuertes cambios de temperatura y de posibles efectos de oxidación. Sin embargo, se ha observado que estas barreras pueden sufrir fallas bien sea por efecto de fatiga térmica y por efecto de fatiga por contacto y con las cuales puede ocasionar daños irreversibles en el sustrato. Debido a esto, en primer lugar se hizo un análisis microestructural y de dureza al inconel para de esta manera averiguar si las fallas de las TBC se ven afectadas por variaciones en el sustrato y luego se hicieron estudios experimentales de fatiga térmica y por contacto para determinar el tipo de daño ocasionado.

Se realizaron ensayos de fatiga térmica a estas capas hasta temperaturas de 1000°C y 1200°C con diferentes ciclos térmicos y se hizo un análisis microestructural y de dureza. Así mismo, se hicieron ensayos de fatiga por contacto para realizar una caracterización mecánica de probetas a temperatura ambiente y tratadas térmicamente para el caso del EBPVD. Estas capas, se sometieron a ensayos de fatiga por contacto con indentador esférico para de esta manera determinar la evolución de algunas de sus propiedades físicas en relación con los diferentes tratamientos térmicos aplicados. Los resultados se analizaron con microscopia de fuerza atómica, microscopia óptica y microscopia electrónica de barrido para determinar los cambios a nivel microestructural generados por este tipo de tratamiento. Se compararon estos resultados con experimentos de indentaciones esféricas simples los cuales se realizaron para determinar la resistencia mecánica de estas capas, así como también la dureza y el módulo de Young. Se midieron las huellas residuales de indentación para poder realizar una curva tensión-deformación que sirvió para estudiar los mecanismos de deformación en las capas.

Se pudo comprobar que las propiedades del inconel prácticamente no varían y que los efectos de fatiga térmica y por contacto de los sistemas TBC se debe únicamente a las capas de cerámica. Con estos efectos, se pudo evidenciar un fenómeno de delaminación en las capas. se observó la aparición de la banda de cizalladura sobre la barrera EB-PVD y formación de grietas intra y intersplats para las probetas APS.



# Índice

I.	Introducción.....	2
II.	Fundamentos teóricos.....	5
2.1	Turbina a gas.....	5
2.2	Sistemas TBC.....	7
2.2.1.	El sustrato: Superalaciones	
2.2.1.1.	Superalaciones base níquel	
2.2.1.2.	Inconel 625	
2.2.2.	Capa de unión o “Bond Coat”	
2.2.2.1.	“Bond coat” tipo PtNiAl	
2.2.2.2.	“Bond coat” tipo MCrAlY	
2.2.3.	El TGO (Thermally Grown Oxide)	
2.2.4.	El recubrimiento exterior de cerámica	
2.3	Técnicas de deposición de los recubrimientos TBC.....	15
2.3.1.	Método de proyección de plasma atmosférico (APS)	
2.3.2.	Deposición en fase vapor asistida por haz de electrones (EBPVD)	
2.4	Comparación entre depositos por APS y EB-PVD.....	17
2.4.1.	La morfología APS	
2.4.2.	La morfología EB-PVD	
2.5	Daño por fatiga térmica en los TBC.....	19
2.5.1.	Crecimiento de la capa TGO bajo ciclos de fatiga térmica	
2.5.2.	Mecanismos de rotura en el recubrimiento por APS	
2.5.2.1.	Morfología del TGO	
2.5.2.2.	Mecanismos de delaminación	
2.5.2.3.	Soluciones para mejorar el comportamiento de los recubrimientos APS	
2.5.3.	Mecanismos de rotura en el recubrimiento por EB-PVD	
2.5.3.1.	Mecanismos de delaminación	





2.6	<b>Daño por fatiga por contacto.....</b>	<b>26</b>
2.6.1.	<b>Caso de un recubrimiento APS</b>	
2.6.2.	<b>Caso de un recubrimiento APS</b>	
III.	<b>Procedimiento experimental.....</b>	<b>29</b>
3.1	<b>Materiales.....</b>	<b>29</b>
3.2	<b>Ensayos de fatiga térmica.....</b>	<b>29</b>
3.2.1	<b>Preparación Metalográfica</b>	
3.2.2	<b>Medición de dureza</b>	
3.2.3	<b>Observación sin ataque</b>	
3.3	<b>Tratamiento Térmico para las probetas de inconel 625.....</b>	<b>34</b>
3.3.1	<b>Preparación Metalográfica</b>	
3.3.2	<b>Ataque Químico</b>	
3.3.3	<b>Medición de dureza</b>	
3.4	<b>Ensayos de fatiga por contacto.....</b>	<b>35</b>
IV.	<b>Resultados Experimentales y Discusiones .....</b>	<b>38</b>
	<b>Primera Parte: <i>Tratamientos Térmicos en el Inconel 625</i></b>	
4.1	<b>Análisis microestructural y evaluación de dureza de las probetas de Inconel625.....</b>	<b>38</b>
	<b>Segunda Parte: <i>Ensayos de Fatiga Térmica</i></b>	
4.2	<b>Evaluación microestructural de los recubrimientos depositados por APS vistos por microscopía óptica. ....</b>	<b>42</b>
4.2.1	<b>Comparación de microestructuras de la circona APS de la probeta patrón (T amb) con las probetas patrón de fatiga térmica (1000°C y 1 ciclo; y 1200°C y 1 ciclo)</b>	



4.2.2	Microestructura transversal de probetas de inconel 625 con recubrimientos de zircona depositada por APS sometidas a tratamientos de fatiga térmica y observadas con microscopía óptica	
4.3	Evaluación Microestructural de los Recubrimientos de APS por medio de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) .....	48
4.4	Evaluación Microestructural de los Recubrimientos de EB-PVD por medio de Microscopía óptica.....	49
4.5	Evaluación Microestructural de los Recubrimientos de EB-PVD por medio de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) .....	55
4.6	Evaluación de dureza superficial Vickers para los recubrimientos por APS y EB-PVD .....	57
4.7	Comparación de microestructuras de la probeta patrón (a T ambiente) de zircona depositada por los métodos APS y EB-PVD, vista longitudinal.....	59

### **Tercera Parte: *Ensayos de Fatiga por Contacto***

4.8	Evaluación microestructural de las probetas después de someterlas a ensayos de indentación esférica con diferentes cargas.....	61
4.8.1	Indentaciones con diferentes cargas en probeta de EB-PVD a temperatura ambiente utilizando un indentador de diámetro 2,5	
4.8.2	Indentaciones con diferentes cargas en probeta de EB-PVD a temperatura ambiente utilizando un indentador de diámetro 1mm	
4.8.3	Indentaciones con diferentes cargas en probeta de EB-PVD a temperatura ambiente utilizando indentadores de diámetros variables	
4.9	Ensayos de Fatiga por Contacto para probetas EB-PVD a temperatura ambiente y tratadas térmicamente a diferentes ciclos utilizando una carga constante.....	71
4.10	Probetas de APS.....	77
4.11	Valores del Módulo de Young a partir de indentación esférica para probetas a temperatura ambiente con recubrimiento por EB-PVD y APS. ....	79

V.	Conclusiones.....	81
----	-------------------	----



**VI. Bibliografía.....84**

**VII. Apéndices.....87**

**VIII. Anexos.....91**





## GLOSARIO

**YSZ:** “Yttria Stabilized Zirconia” para circona estabilizada con itria

**TBC:** “Thermal barrier coating” para los recubrimientos que actúan como barreras térmicas.

**Sistemas TBC:** El sistema de barreras térmicas que se compone de tres capas fundamentales: la capa TBC, el “bond coat” y el inconel.

**“Bond Coat”:** Capa intermetálica que sirve de ligadura entre la TBC y el sustrato

**TGO:** “Thermally grown oxide” para capas de óxido crecidas térmicamente en la superficie de la “bond coat”

**EB-PVD:** “Electron beam physical vapour deposition” para recubrimientos fabricados por el método de deposición física en fase vapor asistida con un haz de electrones.

**APS:** “Air plasma spray” recubrimientos depositados por el método de proyección o rociado de plasma en aire

**Splat:** Grano que compone la estructura APS.

**Delaminación:** Proceso principal de rotura de los TBC que consiste en la separación de la capa de cerámica del “bond coat”.

**Spallation:** Exfoliación de la capa exterior de la circona cuando los TBC se ven sometidos a condiciones de servicio extremas.

**Ratcheting:** Surge debido a una combinación de esfuerzos de crecimiento y de desajuste por coeficientes de expansión térmica de tal manera que se produzca el crecimiento del TGO hacia adentro del “bond coat” con cada ciclo térmico.



## I. INTRODUCCIÓN

Solo después de 60 años de existencia, los aviones han sido uno de los modos de transporte mas utilizados. En los años cuarenta aparecieron problemas con algunas piezas de estos aviones en donde ciertos materiales utilizados en los motores no podían aguantar más de algunos cientos de horas de vuelo, solo a temperaturas relativamente bajas. Hoy en día, la eficiencia de nuevos aviones ha aumentado gracias a las investigaciones que se han hecho en el dominio de los materiales para motores. En primer lugar, la investigación para conseguir materiales resistentes a altas temperaturas ha sido orientada sobre todo en encontrar nuevos procesos y desarrollos en los materiales. La aparición de las superaleaciones en 1950 permitió conseguir alcanzar más altas temperaturas de funcionamiento de las turbinas de aviones. Así mismo, se analizó la idea de aplicar un tipo de recubrimiento sobre estas superaleaciones que actuaran como barreras térmicas (Thermal Barrier Coatings: TBC), para mejorar el comportamiento del sustrato a altas temperaturas.

Una de las partes del avión que resulta la más desafiante con respecto a la mejora de las aleaciones que la componen es la turbina de combustión o turborreactor del avión. La ingeniería de una turbina de avión moderno presenta casi todos los tipos de condiciones extremas que han de afrontar los metales desarrollados y es una situación crucial en el mercado de materiales metálicos avanzados. Los componentes de una turbina a gas están expuestos a todo tipo de condiciones extremas: muy altas temperaturas, elementos corrosivos, vibraciones constantes y esfuerzos mecánicos elevados debidos a la fuerza centrífuga<sup>[1]</sup>. Cada vez que un avión despegue y aterrice sufre cambios de temperatura que van en el orden de cientos a miles de grados, encontrándose el material sometido permanentemente a esfuerzos muy pequeños; la repetición de este ciclo por muchos años es uno de los motivos mas importantes por el que se producen fallas por fatiga térmica de baja frecuencia.

De todos los componentes que forman las distintas secciones de una turbina de combustión, los álabes rotativos de la sección caliente son los que se enfrentan a las condiciones más críticas de operación. Un álabe de turbina es diseñado para operar sin problemas durante un período de 50.000 horas.

Se están realizando actualmente muchos estudios para optimizar el funcionamiento de las turbinas sometidas a altas temperaturas y de esta manera prolongar su vida útil y su



confiabilidad. Para ello, en los aviones modernos se están utilizando superaleaciones generalmente en base níquel ya que se ha demostrado que este material es muy resistente a la corrosión y es capaz de mantener sus propiedades aunque se encuentre sometido a temperaturas superiores a los 1000°C. Sin embargo, para evitar posibles fallas y aumentar la vida útil de la turbina, se utilizan recubrimientos protectores de temperatura, que actúan como barreras térmicas, que se adhieren a la superaleación por medio de una aleación de unión (“bond coat”). Las barreras térmicas se utilizan para proteger las piezas del calor y son generalmente constituidas por una capa metálica resistente a la oxidación y a la corrosión en caliente y por una capa de cerámica térmicamente aislante, que suele ser de zircona parcialmente estabilizada con itria. Hay dos técnicas básicas que se utilizan a nivel industrial para la fabricación de estos recubrimientos, las cuales son: deposición por proyección de plasma (“Air Plasma Spray (APS)”), que permite conseguir estructuras laminares con una baja conductividad térmica y generan una barrera constituida por lo que se llaman “splats”, sin embargo, estos recubrimientos tienen baja resistencia a los esfuerzos originados por las diferencias de dilatación entre el sustrato y la zircona; el otro tipo de método de obtención de recubrimientos es la deposición en fase vapor (“Physical Vapor Deposition” (PVD)), mas específicamente los que son asistidos por un haz de electrones (“Electron Beam Physical Vapour Deposition (EBPVD)”) los cuales proporcionan una estructura columnar y permiten resistir grandes esfuerzos, sin embargo, su conductividad térmica es mas elevada.

Las altas temperaturas alcanzadas en un motor de avión, proporcionan las condiciones más extremas en las cuales se puede encontrar un material. Además a temperaturas que se encuentren cerca del punto de fusión, se deben soportar altos esfuerzos debidos a las altas velocidades de rotación de los motores (mas de 10 000 rotaciones por minuto).

Si un recubrimiento TBC falla, se puede originar la fusión del alabe. Antes de sufrir esta ruptura, el alabe puede sufrir oxidación y corrosión en caliente. Los TBC son capaces de evitar que ocurran estos fenómenos; sin embargo, los recubrimientos de zircona son generalmente materiales frágiles sometidos constantemente a esfuerzos y sometidos a tensiones debido a los grandes cambios de temperatura y presión que experimentan permanentemente los aviones, y pueden fallar por fatiga térmica. Por esta razón, es importante estudiar el comportamiento de estos recubrimientos cuando se ven sometidos a estas condiciones.



Este proyecto tiene como objetivo caracterizar y comparar las propiedades mecánicas de 2 recubrimientos de barrera térmica depositados por diferentes métodos: "air plasma spray" (APS) y "electron beam physical vapour deposition" (EBPVD) después de someterlas a ensayos de fatiga térmica y por contacto, y analizar el tipo de fallas que se generan con estos experimentos. Estas capas fueron sometidas a fatiga térmica a temperatura cerca de las de funcionamiento real de una turbina para altas temperaturas y a fatiga por contacto por medio de indentaciones esféricas cíclicas.

En este trabajo se realiza el estudio de fatiga térmica y fatiga por contacto de los sistemas TBC con de recubrimientos de circonita estabilizada con Itria, depositados por dos métodos diferentes APS y EBPVD, sobre superaleaciones en base níquel. Este trabajo constituye una parte del proyecto europeo SICMAC ("Structural Integrity of Ceramic Multilayers And Coatings"), el cual comprende un alcance del comportamiento mecánico de las barreras térmicas de circonita estabilizada con itria con respecto a los diferentes mecanismos y tipos de fatiga (mecánica, térmica y por contacto).





## II. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

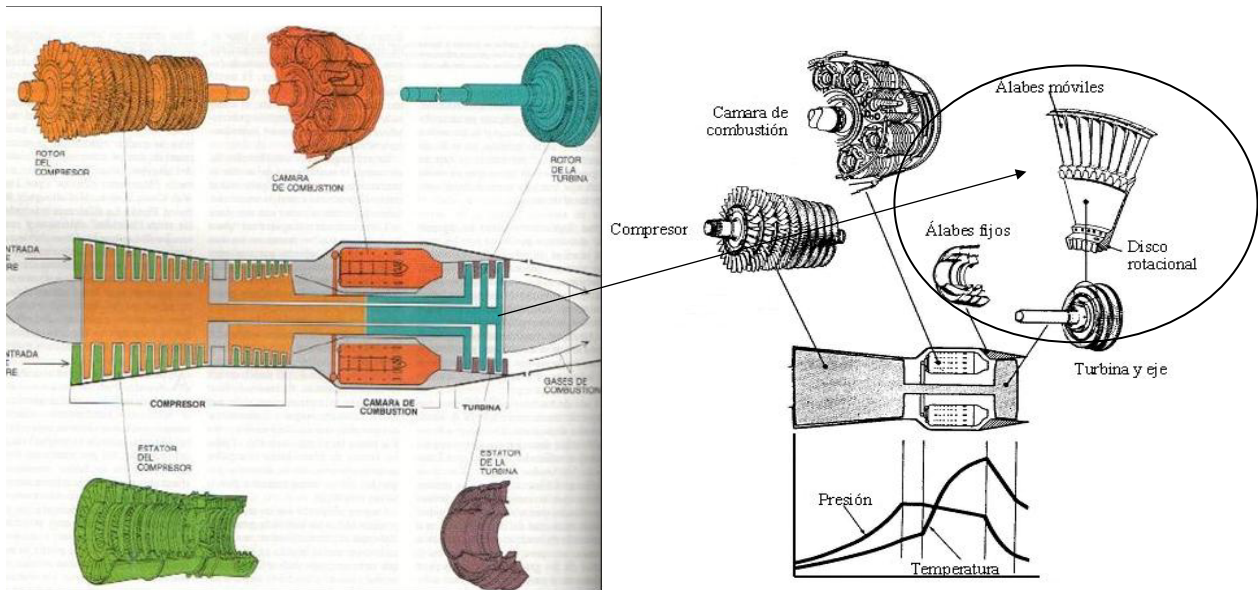
En tiempos recientes, la ciencia de los materiales le ha sacado ventaja a las redes cristalinas “no-perfectas” descubriendo que los defectos de la red desempeñan un papel preponderante en las propiedades de los materiales tales como la ductilidad, fragilidad y comportamiento a elevadas temperaturas. De acuerdo a esto, se han desarrollado una nueva generación de aleaciones manipulando deliberadamente la compleja estructura de heterogeneidades e imperfecciones en la red cristalina de los metales. Actualmente, se diseñan aleaciones mediante técnicas basadas en el conocimiento profundo de la microestructura y de la micromecánica. Tal es el caso de las llamadas “superalaciones”, utilizadas principalmente como materiales aeronáuticos los cuales están sometidos constantemente a muy altas temperaturas y grandes esfuerzos. De esta manera, han reemplazado componentes fabricados con otras aleaciones menos adecuadas, incrementando, por tanto, el tiempo de vida media de la maquinaria, y la confiabilidad.

### 2.1. Turbinas a gas

Uno de los motores de aeronaves más utilizados es la turbina de combustión. Una turbina de combustión, también llamada turbina de gas, es una máquina que transforma en movimiento giratorio la presión de un flujo de gas previamente comprimido y calentado, el cual es utilizado como medio de trabajo para convertir energía térmica en mecánica y de esta manera provocar un empuje neto de la aeronave<sup>[1]</sup>. El mismo consta de tres partes principales: el compresor, la cámara de combustión y la turbina.

La figura 2.1 explica el funcionamiento general de las turbinas de combustión. Inicialmente el aire es tomado de la atmósfera, el cual se comprime varias veces en la sección del compresor, se le agrega combustible en la sección del combustor y la mezcla es quemada, produciéndose entonces los gases de entrada a la turbina en el intervalo de temperaturas de 730°C a 1370°C. Por último, una porción del vapor caliente comprimido a alta presión es usada para producir la rotación de los álabes en la sección transversal de la turbina y generar la energía mecánica mediante la rotación del eje<sup>[2]</sup>.





**FIGURA 2.1** Secciones principales de una turbina de gas y descripción de su funcionamiento<sup>[1]</sup>

### Secciones principales de una turbina de combustión (Ver Fig. 2.1):

**Compresor:** Es utilizado en motores de turbina pequeños limitados a radios de compresión de 4:1, aunque también se utilizan comercialmente con radios de 16:1 y 25:1. En esta sección el aire es comprimido progresivamente a medida que pasa a través de cada etapa alternada de compresión, la cual esta constituida por aspas estacionarias y alabes rotatorios (flujo axial)<sup>[3]</sup>. El aire entra por un gran conducto de entrada a la zona de compresores, luego de ser comprimido, el aire puede alcanzar 40 veces su presión de entrada. Este aire pasa, mediante difusores, a las cámaras de combustión<sup>[4]</sup>.

**Cámara de combustión:** En este caso, parte del aire comprimido que entra a la sección del quemador es mezclado con combustible pulverizado e incendiado en la cámara de combustión produciendo una expansión violenta de gases a temperaturas mayores de 1650°C. Generalmente las turbinas de gas emplean gas natural o líquidos como querosén o gasoil los cuales son aplicados de manera nebulizada<sup>[3]</sup>. Una vez que el proceso es iniciado, sigue siendo continuo hasta que se apaga la pulverización del combustible y los productos de combustión son enfriados a temperaturas entre 1100 y 1310°C antes de que entre a la sección de la turbina.

**Turbina:** Los gases calientes provenientes de los quemadores son dirigidos por toberas estacionarias (orificios y aspas) hacia los alabes de turbina, para que de esta manera se dé la rotación del ensamblaje alabes-disco-eje. Cada turbina se compone de varios niveles de alabes alternativamente fijos y giratorios. Los alabes móviles están fijados a un disco conectado al



compresor por un eje y los fijos están colocados en el chárter de la turbina. Por distensión parcial de los gases resultantes de la cámara de combustión, los discos de la turbina transforman la potencia térmica de los gases que cruzan sus paletas en potencia mecánica para llevarse en rotación el compresor al cual está fijado<sup>[4]</sup>. La energía extraída de los gases calientes es transmitida por el eje para impulsar al compresor y de ese modo mantener la operación de la maquina<sup>[3]</sup>.

En una turbina, las condiciones de presión y temperatura generalmente varían dependiendo de la sección. Los álabes de turbina generalmente experimentan esfuerzos longitudinales de aproximadamente 20000psi a temperaturas muy altas de más de 1000 °C (como se muestra en el anexo 8.1). Por este sentido, es preciso utilizar materiales adaptados a este funcionamiento<sup>[2]</sup>.

## 2.2. Sistemas TBC

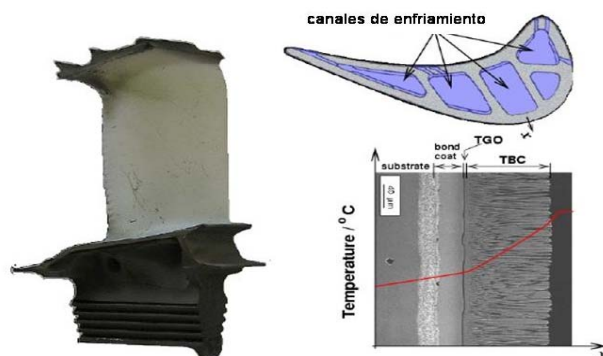
El propósito de las barreras térmicas es de proporcionar el aislamiento térmico del sustrato y de protegerlo contra los efectos de oxidación. Para el caso de un álabe de turbina, el recubrimiento con una espesor promedio de 300µm puede reducir la temperatura sentida por el alabe hasta alrededor de unos 500 °C. Un recubrimiento se puede también utilizar para reducir la necesidad de enfriamiento del alabe (hasta un 36%), manteniendo la vida de fluencia del sustrato o para aumentar la vida media del alabe.

Los recubrimientos de barreras térmicas se consideran usualmente como sistemas de cuatro capas con cada una su desempeño: un sustrato de superaleación, una capa de unión llamada “bond coat” resistente a la oxidación, una capa de óxido que crece durante tratamiento térmico o servicio llamada TGO (Thermally Grown Oxide), y un recubrimiento exterior de cerámica, que suele ser de circonita, depositada por APS o EB-PVD.

La capa de circonita tiene una excelente resistencia al choque térmico, una baja conductividad térmica, y un coeficiente de expansión térmica relativamente bajo. La capa “bond coat” proporciona una superficie bastante rugosa que permite la adhesión mecánica de la capa exterior, protege al sustrato de una oxidación a alta temperatura o corrosión en caliente gracias al TGO, y también minimiza los efectos de discontinuidad de expansión térmica entre el sustrato y el recubrimiento de cerámica<sup>[5]</sup>.



La siguiente figura (Fig. 2.2) muestra el conjunto sustrato, “bond coat” y TBC en un álabe de turbina.



**FIGURA 2.2** Condiciones de Representación de un alabe y su corte transversal<sup>[5]</sup>.

### 2.2.1. El sustrato: superaleaciones

Dichas aleaciones están basadas en gran parte en los metales de transición, específicamente el níquel cobalto y hierro; tomando en cuenta que además también pueden estar formadas por aproximadamente 15 elementos de importancia en su composición química, entre los que predomina como elemento secundario el cromo, el cual es agregado con el fin de aumentar la resistencia a la corrosión. Las superaleaciones se pueden clasificar básicamente en superaleaciones base hierro, superaleaciones base cobalto, superaleaciones base níquel y superaleaciones complejas (poseen como más de un elemento en mayor proporción) <sup>[2],[6]</sup>

La propiedad mas significativa de las superaleaciones es su excelente resistencia mecánica a altas temperaturas, pero además de esta, también resalta que son altamente estables en su composición y que tienen muy alta resistencia a la corrosión en caliente, a la oxidación, a la fractura y a la fatiga mecánica y térmica. Así mismo, poseen buena ductilidad y elevado punto de fusión, son capaces de mantener buenas propiedades de fluencia y de controlar la precipitación de compuestos intermetálicos. A altas temperaturas, estas superaleaciones pueden experimentar un proceso de endurecimiento por precipitación de carburos el cual es muy necesario que exista en los alabes de una turbina de motores de aviones para un mejor funcionamiento. Así mismo, para este caso, es importante que el



coeficiente de expansión térmica sea lo más bajo posible para minimizar los esfuerzos térmicos que se generan y que dan origen a fracturas por fatiga térmica y leves torceduras en el material<sup>[2]</sup>.

Los materiales utilizados para una turbina de avión, requieren que se mantengan básicamente las mismas propiedades y deben ser capaces de resistir gases corrosivos y temperaturas muy superiores a las del compresor, por esta razón, es muy importante aplicar recubrimientos que protejan contra los grandes cambios de temperatura y el efecto de la corrosión. Así mismo, se busca que los componentes de todo el aparato posean una microestructura muy estable, para mantener así sus propiedades durante largos períodos de tiempo. Las aleaciones más idóneas para satisfacer muchas de las condiciones extremas señaladas son las superaleaciones basados en níquel o inconel.

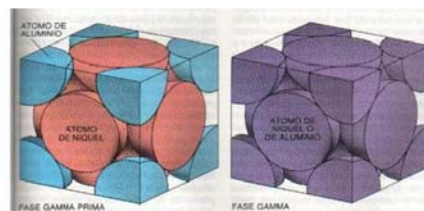
#### **2.2.1.1. Superalaciones base níquel**

Son superaleaciones con alto contenido de níquel que poseen excelente resistencia a la oxidación y termofluencia y buena estabilidad metalúrgica, diseñadas específicamente para soportar condiciones extremas de temperatura y esfuerzo<sup>[7]</sup>. Inicialmente las fases individuales presentes en la microestructura de las superaleaciones se encuentran en un estado de no-equilibrio, sin embargo, cuando estos materiales se someten a altas temperaturas existe una tendencia a cambiar hacia un estado de equilibrio. Debido a esto, normalmente en las superaleaciones se forman fases secundarias perjudiciales al verse sometidas a altas temperaturas las cuales pueden debilitar o dañar fuertemente la estructura<sup>[2]</sup>. La base en níquel tiene una ventaja sobre bases de cobalto o de hierro ya que tiene una gran tolerancia para resistir la adición de elementos de aleación sin que se formen fases secundarias que actúen de manera perjudicial, así mismo, es el material mas buscado cuando se requiere de una alta resistencia a la oxidación ya que poseen la propiedad de formar capas protectoras de corrosión<sup>[7]</sup>.

En las superaleaciones basadas en níquel, las fases se denominan gamma ( $\gamma$ ) y gamma prima ( $\gamma'$ ) (figura 2.3). Su microestructura es la mas compleja de todas las superaleaciones y consiste en una matriz  $\gamma$  de solución sólida FCC, carburos y una fase intermetálica coherente  $\gamma'$  constituida principalmente por aluminio y níquel mediante la formación del compuesto



$\text{Ni}_3\text{Al}$ , en algunos casos el níquel puede ser sustituido por cobalto y el aluminio por el titanio. La alta compatibilidad de esta fase con la matriz de acuerdo a su estructura cristalina y su constante de red permite la distribución homogénea de un precipitado con baja energía y una extraordinaria estabilidad superficial<sup>[7]</sup>. La dureza de  $\gamma'$  aumenta considerablemente a medida que aumenta la temperatura, y por lo tanto, también aumenta la dureza del material. El tamaño de grano en estas superaleaciones debe ser de tamaño medio, ya que si los granos son demasiado pequeños tienden a disminuir la resistencia a la fractura, pero si son excesivamente grandes se pueden perjudicar las propiedades de tensión y resistencia a la cedencia<sup>[7]</sup>.



**FIGURA 2.3** Diferencias entre la fase  $\gamma$  y la fase  $\gamma'$  de una superaleación en base níquel<sup>[1]</sup>

Los carburos por su parte, contribuyen eficazmente a aumentar la dureza de la matriz  $\gamma$ . En este tipo de superaleaciones, generalmente se encuentra presente el carbono en proporciones desde 0,05% hasta 2%. Los elementos presentes en la matriz ejercen una reacción con el carbono para la formación de distintos tipos de carburos que pueden clasificarse en carburos tipo MC, tipo  $\text{M}_6\text{C}$  y tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ , los cuales son los mas comunes, especialmente a temperaturas cercanas a los  $815^\circ\text{C}$  donde estos son las principales fases de equilibrio y los del tipo  $\text{M}_7\text{C}_3$ , tipo  $\text{M}_3\text{C}$  y tipo  $\text{M}_{13}\text{C}$  que son menos regulares<sup>[2]</sup>.

Los carburos MC son compuestos de estructura FCC, altamente estables y de alta resistencia, heterogéneamente distribuidos a través de la aleación en forma de precipitados alargados<sup>[2]</sup>. Este tipo de carburos tiende a desaparecer por completo después de muchas horas de operación ( $> 5000$  horas) degradándose para formar los carburos de tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Estos últimos se forman a partir de la degradación de los carburos MC al someter estos a temperaturas mayores a  $800^\circ\text{C}$  por periodos largos de tiempo. Este tipo de carburos normalmente precipita a lo largo de los límites de grano, como pequeñas partículas que van aumentando progresivamente de tamaño a medida que transcurre el tiempo de servicio. Los carburos  $\text{M}_6\text{C}$  precipitan en los bordes de grano cuando se alcanzan temperaturas que se encuentran entre  $815^\circ\text{C}$  y  $980^\circ\text{C}$ .



### 2.2.1.2. Inconel 625

El Inconel 625 es una matriz con elementos en solución sólida de malla cúbica de cara centrada. Los carburos que se suelen encontrar en esta superaleación son MC y  $M_6C$  (ricos en níquel, nobio, molibdeno, y carbono). Además,  $M_{23}C_6$ , un carburo rico en cromo, que aparece en el material expuesto a bajas temperaturas<sup>[3]</sup>.

Las propiedades del Inconel 625 lo hacen un material muy interesante en el dominio aerospacial. Esta es una superaleación base níquel se caracteriza por tener una extraordinaria resistencia a la corrosión, excelente conformabilidad y alta resistencia a la fluencia. Posee excelentes propiedades de fluencia-rotura a temperaturas muy elevadas combinada con una resistencia a la corrosión en caliente superior a la mayoría de las aleaciones de este tipo<sup>[1]</sup>. Las temperaturas de servicio van del dominio criogénico hasta más o menos 1000 °C. Esta aleación fue diseñada para proveer a la industria aerodinámica y aeronáutica un material que fuera capaz de soportar el ambiente agresivo característico de estos equipos durante largos períodos de tiempo<sup>[2]</sup>. Generalmente se utiliza como la aleación ideal para resistir altos esfuerzos y condiciones extremas de temperatura y de corrosión. Es una excelente opción para aplicaciones en ambientes de agua marina ya que este material esta libre de sufrir daños locales de oxidación como la corrosión por picadura o por grietas. Su composición química se muestra en la tabla 2.1.

**TABLA 2.1** Composición química de la superaleación de Inconel 625<sup>[3]</sup>

Element	Wt%	Element	Wt%
Ni	≥ 58	Cr	20 - 23
Fe	5	Co	1
Mo	8 - 10	Nb (+Ta)	3.15 - 4.15
Ti	0.4	Al	0.4
C	0.1	Mn	0.5
Si	0.5		

Esta combinación de elementos aleantes son los responsables de las óptimas propiedades mecánicas del inconel 625. Este material posee una alta dureza y en gran medida no requiere de tratamientos térmicos de endurecimiento por precipitación, esta propiedad la proporciona principalmente el molibdeno y el niobio en su matriz níquel-cromo. Estos elementos aleantes son también responsables de su alta resistencia en rango ancho de entornos, de severidad extrema, como su resistencia a los efectos de alta temperatura como oxidación y carburización y fatiga térmica<sup>[3]</sup>.



### 2.2.2. Capa de unión o “bond coat”

El “bond coat” es una capa de transición colocada entre el TBC y el sustrato, cuya función es de mejorar la adhesión entre ambos y proteger al sustrato de los efectos corrosivos. Esta es una capa altamente resistente a la oxidación<sup>[5]</sup>. Es deseable que este material tenga un esfuerzo de fluencia a alta temperatura tan alto como sea posible y con un coeficiente de expansión térmica muy cercano al de la superaleación, para así evitar esfuerzos residuales en ciclos térmicos debido a la diferencia del coeficiente de expansión térmica<sup>[8]</sup>. Debido a esto, el “bond coat” es un elemento determinante en el sistema de barreras térmicas.

Existen dos clases principales de “bond coat”, ambas fueron diseñadas para desarrollar un óxido de aluminio ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) al exponerse al aire a altas temperaturas durante el servicio. Esto es importante debido a que la alúmina es la fase compatible con la YSZ asegurando la estabilidad termodinámica del recubrimiento por largos tiempos. Además la alúmina es usualmente considerada como el óxido que posee el crecimiento más lento a alta temperatura, debido a que tiene la difusividad de oxígeno más pequeña<sup>[9]</sup>. A su vez, las superaleaciones de níquel no recubiertas forman óxido de níquel o espinelas de níquel-cromo y óxido de cromo, las cuales no son termodinámicamente estables con el YSZ. Debido a que la circonita es un conductor rápido de oxígeno, el “bond coat” debe también ser capaz de formar un óxido de crecimiento lento, estable y protector al ataque oxidativo de la aleación. Las dos clases de “bond coat” son:

**2.2.2.1 Aluminuros de níquel modificados con platino por difusión (PtNiAl):** Esta capa es aplicada por electrodeposición de platino sobre la superaleación y recocido en una atmósfera de vapor rica en aluminio. El aluminio difunde en la superficie de la aleación mientras que el platino difunde hacia afuera donde ambos se combinan formando el PtNiAl<sup>[8]</sup>. Esta capa tiene una única fase  $\beta$ <sup>[8]</sup>.

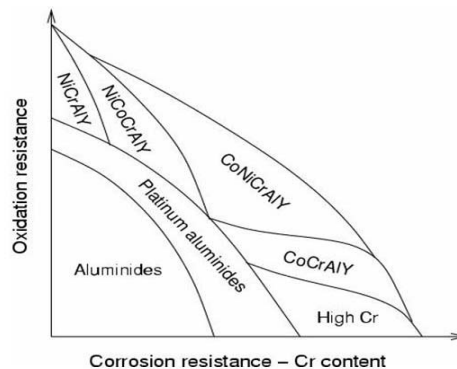
**2.2.2.2. Sistema de aleación MCrAlY:** donde M es una combinación de los elementos de níquel, cobalto o hierro (Ni, Co, Fe) y es depositada por un proceso de deposición de rociado de plasma a baja presión (“low pressure plasma spraying”), Es un compuesto formado por dos fases intermetálicas y una solución sólida  $\gamma\text{-Ni}$  ( $\beta\text{-NiAl}$  y  $\gamma'\text{-Ni}_3\text{Al}$ ). Las fases  $\gamma/\gamma'$  tienen varios elementos en solución<sup>[8]</sup>. La itria (Y) es añadido a bajas concentraciones para mejorar la adherencia de la “TGO”, sobre todo creando zonas de agrupamientos para el sulfuro (S)<sup>[10]</sup>.





Cuando el contenido de Al es demasiado bajo, otros óxidos como el  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  se pueden formar, dependiendo de la composición exacta del recubrimiento. Por ello, esto puede resultar en una rotura prematura, y debe evitarse<sup>[10]</sup>.

La integridad de los alabes es fuertemente dependiente de estos recubrimientos y por supuesto de las características de los TBC. El tipo de “bond coat” utilizado dependerá fuertemente de la aplicación que se requiera<sup>[5]</sup>. La Fig.2.4 esquematiza los dominios de aplicación (oxidación-corrosión) de diferentes composiciones de “bond coats”.



**FIGURA 2.4:** Dominios de aplicación de los diferentes tipos de “bond coats”<sup>[5]</sup>.

### 2.2.3. El TGO (Thermally Grown Oxide)

Esta capa resulta de la oxidación de la superficie del “bond coat” durante su exposición a una alta temperatura. Es sobre esta capa que se va a depositar el aislante. Tiene también el papel de proteger el sustrato de la oxidación<sup>[8]</sup>.

En la mayoría de los estudios que tratan del mecanismo de delaminación de las barreras, se evidenció que ésta aparece entre esta capa y la capa exterior de cerámica. Significa que esta capa de unos 3 a 10  $\mu\text{m}$  de grosor va a ser determinante para el tiempo de vida del sistema completo<sup>[9]</sup>.

### 2.2.4. El recubrimiento exterior de cerámica

Los materiales utilizados para este tipo de recubrimientos son materiales cerámicos, debido a las altas temperaturas que deben soportar y porque deben tener la función de aislante térmico. Además, para que el recubrimiento pueda resistir a los ciclos térmicos, es imprescindible que la cerámica tenga un coeficiente de dilatación térmico próximo al del



sustrato. El TBC debe también tener una baja conductividad térmica. En este sentido la circona ( $\text{ZrO}_2$ ) parcialmente estabilizada con itria ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ): (YSZ) parece ser una buena elección. La adición de un 5-15% de Itria estabiliza la circona en su forma de alta temperatura, impidiendo la transformación de fase en los rangos de temperaturas de servicio. Las cerámicas base circona satisfacen estos requerimientos, con un coeficiente de dilatación de  $11\text{-}13 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  y una conductividad térmica de  $2.3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  a  $1000^\circ\text{C}$ , esta puede ser aún mas reducida introduciendo porosidades. La circona es la mas conocida de las cerámicas por sus características de resistencia a la rotura a temperatura ambiente o como su resistencia a la corrosión a temperaturas extremas. Ella tiene un cambio estructural alrededor de  $500^\circ\text{C}$ , de monoclinica a cúbica, se vuelve también conductor de la electricidad a esa temperatura<sup>[11]</sup>.

A la circona se le suelen añadir  $\text{MgO}$ ,  $\text{CaO}$  o itria  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , como estabilizadores estructurales de la fase tetragonal, con el fin de facilitar el endurecimiento por transformación. Ellos implican una estructura parcialmente cúbica en vez de una completamente tetragonal durante calentamiento, y que se mantiene en forma meta-estable durante el enfriamiento. Como efecto, la fase tetragonal precipita de una manera inducida por deformación, cuando se propaga una fisura en el material. Esta acción provoca una expansión de la estructura, ya que absorbe una gran cantidad de energía, lo que da la alta tenacidad característica de la circona estabilizada<sup>[11]</sup>.

La fase cúbica se forma a alta temperatura y tiene propiedades mecánicas poco interesantes. Solo la fase tetragonal permite conseguir una cerámica con propiedades mecánicas interesantes. Por ello se ha de tener un material con un contenido de fase monoclinica lo mas pequeño posible<sup>[8]</sup>.

La circona se estabiliza en una fase tetragonal cuando alcanza una temperatura de  $1050^\circ\text{C}$ . Al enfriarse, la fase tetragonal se transforma en otra fase diferente que se encuentra entre la fase monoclinica y la fase cúbica. Sin embargo, como la deposición de APS y de EBPVD se realiza a altas temperaturas, la mayoría de las capas TBC poseen una estructura tetragonal prima, la cual, es una fase metaestable. Esto es de crucial importancia ya que, la transformación de la circona desde una fase tetragonal a una monoclinica inevitablemente produce muchas grietas y por ende, fallas en la circona. Al tener una estructura tetragonal prima no transformable, este hecho no ocurre y por lo tanto las capas presentan un tiempo de vida media muy alto bajo los efectos de la fatiga térmica. Esta fase se vuelve estable a largos



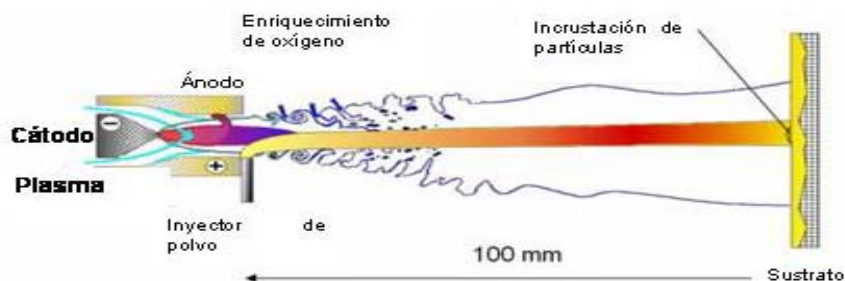
periodos de tiempo y a altas temperaturas (alrededor de  $1400^{\circ}\text{C}$ ) Se cree que esta estabilidad a largo plazo de la fase tetragonal prima es una consecuencia directa de una fuerza de activación pequeña en conjunto con una difusión lenta de la itria en la circonita<sup>[11]</sup>.

### 2.3. Técnicas de deposición de los recubrimientos TBC

Los TBC se pueden obtener mediante varios procesos, métodos de deposición química y métodos de deposición física. Estas técnicas se describen a continuación.

#### 2.3.1. Método de proyección de plasma atmosférico (APS)

La Fig. 2.5 describe el proceso de deposición APS, las partículas del material a depositar son inyectadas en el ánodo, calentadas, fundidas y luego aceleradas en el plasma a altas velocidades para introducirse en el sustrato en forma de laminas (“splats”), cuyo apilamiento crea el recubrimiento<sup>[5]</sup>.



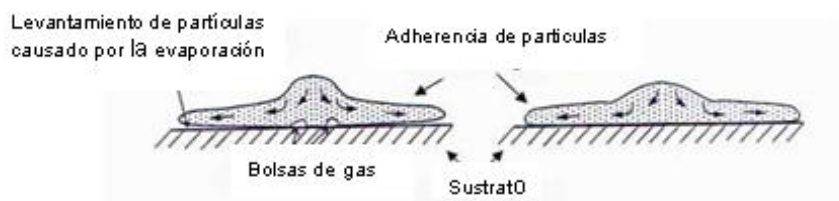
**FIGURA 2.5** Proceso de deposición por “air plasma spraying” (APS) <sup>[5]</sup>.

Las partículas después de haber sido fundidas y aceleradas en el chorro de plasma se aplastan en forma laminar sobre el sustrato. Este aplastamiento depende sobre todo, entre varios otros parámetros de la naturaleza y de la rugosidad del sustrato, de la temperatura de precalentamiento y de su estado de oxidación. El paso de las partículas del estado fundido, al estado de láminas o “splats” se puede dividir en tres etapas independientes: el impacto inicial, el aplastamiento, y la solidificación por enfriamiento. Si se encadenan bien las etapas, los splats finalmente se encontraran en forma de disco al tocar la superficie del sustrato pulido<sup>[5]</sup>.



Varios estudios destacan una temperatura de transición, correspondiente a la temperatura de precalentamiento del sustrato, para la cual los “splats” pasan de una forma laminar a una forma de disco<sup>[12]</sup>. Cuando la temperatura de precalentamiento supera la temperatura de transición, la adhesión de los depósitos pasa de un factor 2 a un factor 5, con respecto a lo que se consigue con un sustrato no calentado.

Otro parámetro que se ha de tener en cuenta durante el depósito es la presencia de moléculas de H<sub>2</sub>O que pueden causar inserciones de gas o falta de adherencia del material al evaporarse. (Fig. 2.6)

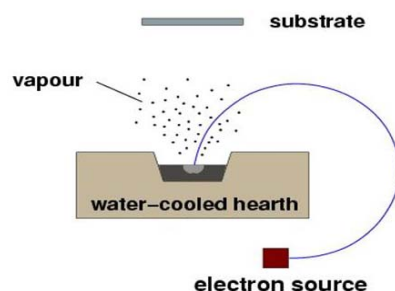


**FIGURA 2.6** Diferencias de adherencia con y sin presencia de agua en el proceso <sup>[5]</sup>.

### 2.3.2. Deposición en fase vapor asistida por haz de electrones (EBPVD)

Como lo indica su nombre, este tipo de depósito forma parte de la familia de los depósitos físicos en fase vapor. En estos métodos, el crecimiento de la capa se consigue mediante la condensación del material en forma vapor sobre el sustrato<sup>[5]</sup>.

El vapor se puede producir por un calentamiento suficiente, o por acción mecánica como por un bombardeo por haz de electrones o iones. En EBPVD, la evaporación se consigue por un haz de electrones, como lo representa la siguiente Fig. 2.7.



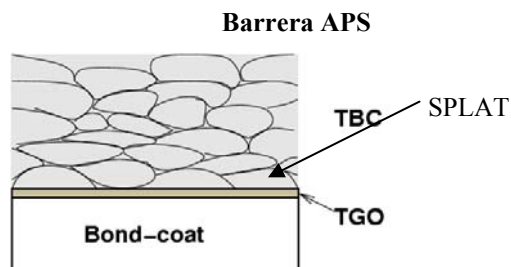
**FIGURA 2.7** El proceso EBPVD, se hace al vacío y la rotación del haz de electrones se consigue por un campo electromagnético perpendicular al plano del dibujo. <sup>[5]</sup>



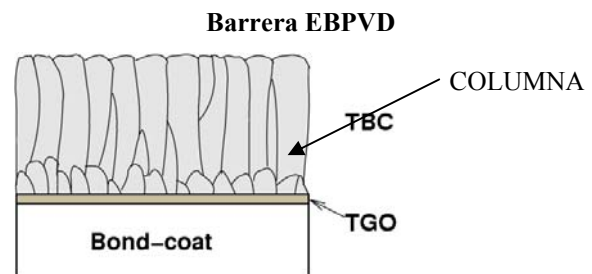
Aunque existan otros métodos físicos, estas dos últimas técnicas descritas (APS y EBPVD) se prefieren para los alabes en turbinas de alta presión, ya que el resultado en la estructura del depósito brinda una buena tolerancia a la deformación.

## 2.4. Comparación entre depósitos por APS y EB-PVD

Los recubrimientos TBC obtenidos con APS ofrecen una conductividad térmica más baja que los fabricados por EBPVD, porque tienen mayor porosidad, con poros paralelos a la superficie, y por consiguiente perpendiculares al gradiente de temperatura<sup>[5]</sup>. Ha sido reportado que los recubrimientos con EBPVD tienen una vida de 8 a 13 veces superior a la vida de recubrimientos con APS<sup>[13]</sup>. Sin embargo la experiencia industrial nos dice que el APS puede, en ciertas condiciones de servicio, ser mejor recubrimiento<sup>[5]</sup>. En estas dos estructuras, se encuentran espacios inter-splats o inter-columnas que confiere su porosidad a esta capa. Las columnas y los splats también contienen porosidades microscópicas dentro de sus granos. Todas estas porosidades hacen que la disipación térmica sea alta<sup>[8]</sup>. En la figura 2.8 se pueden diferenciar claramente las diferencias en la microestructura de las capas APS y EB-PVD.



**FIGURA 2.8(a)** Esquema de un corte transversal del APS. La capa de TBC se compone de splats.

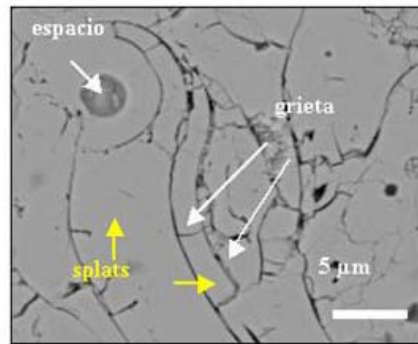


**FIGURA 2.8 (b)** Esquema de un corte transversal del EBPVD. Se reconoce la estructura columnar.

### 2.4.1. La morfología APS

Los recubrimientos APS proporcionan una morfología de splats que puede incorporar hasta un 15% de porosidad en la capa como resultado del proceso de deposición. Esta porosidad es superior a la que se encuentra en la morfología EB-PVD, y por consiguiente una menor conductividad térmica. Además la deposición APS, por su naturaleza proporciona grietas intra y inter-splats, con posibles inclusiones de gas<sup>[14]</sup>. La figura 2.9 muestra estos defectos.





**FIGURA 2.9** Morfología APS. Observación por micrografía MEB<sup>[14]</sup>

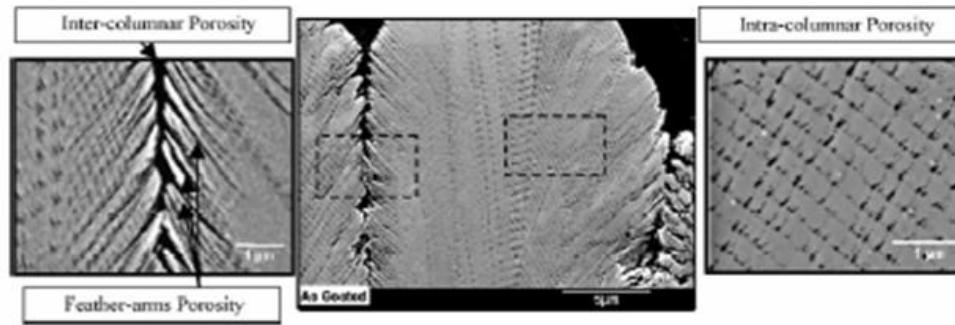
A pesar de proporcionarle sus características térmicas, los defectos del APS son también la base de su comportamiento bajo deformación. Está principalmente causado por la compactación de los microporos y también por el deslizamiento entre los splats bajo deformación. Un contacto cíclico sobre el recubrimiento de cerámica debe activar mecanismos de rozamiento y erosión entre los splats. La microestructura conferido por el proceso APS tiene un papel importante en el mecanismo de daño que sea por contacto cíclico o por fatiga térmica<sup>[14]</sup>

#### 2.4.2. La morfología EB-PVD

El recubrimiento tiene una microestructura compuesta de columnas primarias, creciendo en una dirección cristalográfica preferencial por adición de los átomos desde la fase vapor. Este crecimiento columnar proporciona un espacio inter-columnar, y por consiguiente una adhesión débil entre columnas, brindando a la capa una alta resistencia a la deformación, por el movimiento de las columnas uno respecto a la otra. La rotación del sustrato durante la deposición produce una porosidad adicional, cerrada, intra-columnas. En estas porosidades reside la baja conductividad térmica del material (Fig. 2.10)<sup>[14]</sup>.

En estas consideraciones se destaca la mayor diferencia entre APS y EBPVD. En los sistemas APS, la resistencia a deformación se consigue por la porosidad y la microfisuración presentes dentro de la capa, mientras que en los EBPVD se consigue únicamente por la microestructura propia del depósito<sup>[14]</sup>.





**FIGURA 2.10** Porosidad en un recubrimiento EBPVD. (a) entre columnas; (b) columna,(c) intra-columnas[5].

## 2.5. Daño por fatiga térmica en los TBC

La fatiga térmica se define como el daño causado por la intermitencia de enfriamientos y calentamientos repetidos que inducen esfuerzos térmicos internos periódicos<sup>[19]</sup>. Cada ciclo de fatiga es la combinación de cambios de esfuerzos, de deformaciones, de temperaturas, de estructuras y de propiedades de los materiales.

En un turborreactor, el álabe de la turbina se encuentra con gases a temperaturas variables, que inducen cambios de temperatura del material. Esto induce esfuerzos térmicos de tracción y compresión, según la distribución del calor, en el material, dependientes de las diferencias locales de temperatura y de las propiedades intrínsecas del material<sup>[8]</sup>. Otras cargas mecánicas exteriores pueden contribuir a la rotura por fatiga térmica (ver anexo 10.2).

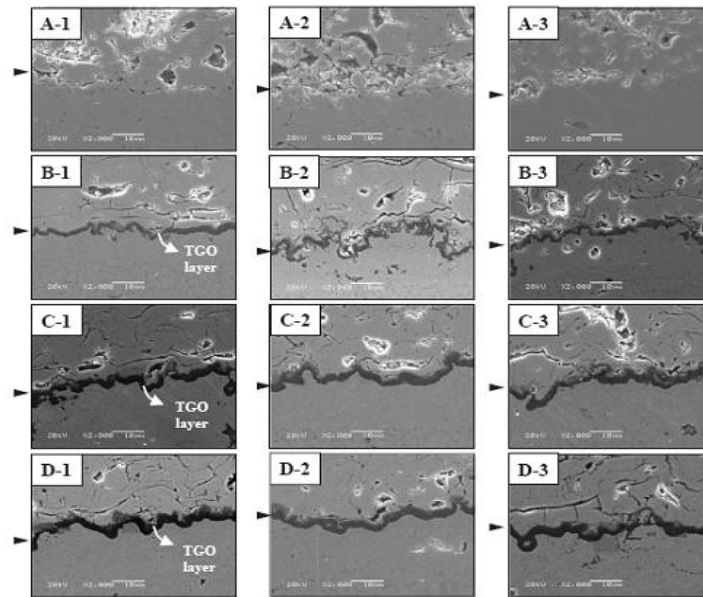
Bajo fatiga térmica, los sistemas TBC exhiben varios mecanismos de rotura, que se describen a continuación:

### 2.5.1. Crecimiento de la capa TGO bajo ciclos de fatiga térmica

El TGO crece de forma parabolica en función de los números de ciclos en la mayoría de los casos, pero se han observado también tendencias lineales en algunos casos<sup>[20]</sup>. Ésta extensión proporciona tensiones residuales de compresión en el TGO, al ser impedido por el sustrato. Existen dos tipos de tensiones residuales: las tensiones intrínsecas asociadas al crecimiento de la capa y las tensiones debidas a la discontinuidad de los coeficientes de expansión térmica<sup>[21]</sup>. El valor medio de esta tensión residual decrece con los ciclos térmicos, debido a la nucleación y propagación de grietas, en cualquier interfase o dentro del TBC, lo que proporciona una relajación local de tensiones en las zonas de progresión del daño<sup>[20]</sup>.

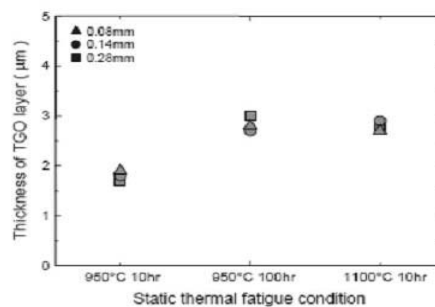


Las siguientes micrografías (Fig. 2.11) muestran la interfase entre el recubrimiento exterior de circonia y el “bond coat” antes y después de someterlo a ciclos de fatiga, para varios espesores del “bond coat”, en el caso de una deposición APS<sup>[22]</sup>. El recubrimiento APS presenta una estructura relativamente porosa, con grietas paralelas a la interfase entre el “bond coat” y el recubrimiento; la interfase entre las dos capas es de estructura discontinua. Se nota el crecimiento de la capa TGO, indicado por la flecha.



**FIGURA 2.11** Micrografías de muestras de TBC antes y después de ciclos de fatiga térmica a varias temperaturas (A,B,C,D)(TA,950°C-10h, 950°C-100h y 1100°C-10h,respectivamente) y para varios espesores del “bond coat”(1,2,3)(0.08, 0.14, 0.28mm, respectivamente)<sup>[12]</sup>

La capa TGO que se forma durante la fatiga térmica tiende a crecer con el tiempo de mantenimiento de la temperatura y el valor de la temperatura (Fig. 2.12), pero parece independiente del espesor del “bond coat”. El TGO tiene una forma más planar en el caso de la deposición EBPVD.



**FIGURA 2.12** Variación del espesor del TGO formado durante la fatiga térmica para varias condiciones de fatiga y varios espesores del “bond coat”<sup>[22]</sup>.

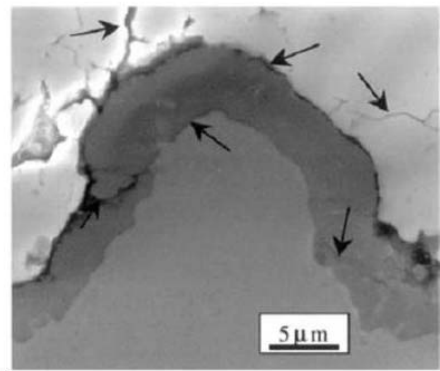




### 2.5.2. Mecanismos de rotura en recubrimientos por APS

La rotura de los recubrimientos TBC bajo ciclos térmicos es un proceso complejo involucrando la acción conjunta de varios fenómenos que son los siguientes: crecimiento de tensiones térmicas no homogéneas; crecimiento de la capa TGO a la interfase “bond coat”/TBC (no continuo sino con ondulaciones Fig. 2.13) como consecuencia de la oxidación del “bond coat”<sup>[20]</sup>; deformación cíclica del bond coat<sup>[23]</sup>; sinterización del TBC (poroso) y por consiguiente pérdida de resistencia a la deformación y de la resistencia térmica<sup>[24]</sup>, degradación de la tenacidad de la interfase del material cerámico; delaminación y fisuración<sup>[25]</sup>; coalescencia de grietas y propagación.

Los mecanismos de rotura del TBC dependen particularmente del entorno y de las condiciones que exigen cada aplicación, cuando uno o otro fenómeno descrito arriba se vuelve más influyente<sup>[20][22]</sup>.



**FIGURA 2.13** Micrografía de MEB mostrando la naturaleza ondulada de la interfase “bond coat” / TGO / TBC que presenta grietas transversales en el TGO y fisuración del recubrimiento exterior (TBC) después de sufrir fatiga térmica<sup>[20]</sup>

#### 2.5.2.1. Morfología del TGO

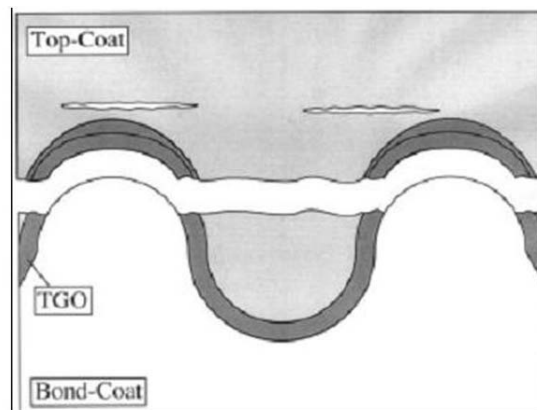
La interfase entre la capa de unión (“bond coat”) y el TGO tiene una naturaleza ondulada. Estas ondulaciones son consecuencias del tratamiento de superficie del “bond coat” anterior a la deposición del recubrimiento (arenado), para mejorar la adhesión del TBC<sup>[20]</sup>.

Después de varios ciclos de fatiga, estas ondulaciones aumentan, lo que se suele llamar el efecto de “rugosidad” «*rumpling*» o «*roughening*». Sin embargo, estas ondulaciones generan tensiones hacia afuera de la interfaz como se puede ver en figura 2.14, que es el



origen de la rotura final del TBC<sup>[20]</sup>. Éstas permiten al TGO, que se somete a altos esfuerzos de compresión, deformarse y desarrollar esfuerzos de tracción normales a la interfaz en las partes convexas de la ondulación<sup>[26]</sup>, lo que puede conducir a la nucleación de fisuras, y contribuir a la “spallation” del TBC.

De esta micrografía (2.14) se pueden destacar varios fenómenos que ocurren durante la fatiga térmica: separación entre el “bond coat” y el TGO en las zonas de crestas<sup>[20]</sup>; separación entre el TGO y el TBC; grietas dentro del TBC; grietas en el TGO. Se suele observar que la rotura ocurre más a menudo debido a la separación del TGO y del “bond coat”, o debido a la fisuración en el “bond coat”, en las zonas de las crestas de este.



**FIGURA 2.14** Esquema de los diferentes modos de rotura posibles en un TBC elaborado por APS<sup>[20]</sup>.

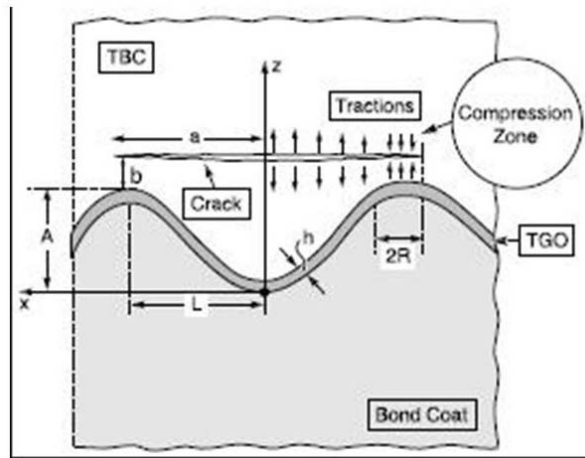
#### 2.5.2.2. Mecanismos de delaminación

Existen cuatro modos de rotura referenciados por los recubrimientos TBC obtenidos por APS: fisuración entre el TGO y el “bond coat” debido a esfuerzos de tracción en las crestas de la interfaz<sup>[27]</sup>, fractura a lo largo de la interfaz entre TGO y el recubrimiento superficial<sup>[28]</sup>, fisuración dentro del recubrimiento cerámico<sup>[23]</sup> debido a los esfuerzos de tracción en las crestas de la interfaz, y fisuración por relajación de tensiones en este mismo<sup>[29]</sup>. Estos fenómenos se vuelven más importantes cuando el espesor del TGO es más pequeño, y todos resultan en la “spallation” (exfoliación) de la capa exterior, especialmente en entornos con ciclos que proporcionan la fatiga térmica.

La rotura suele ocurrir por delaminación, generándose inicialmente en el TBC, justo por encima del TGO. Localmente, cerca de las crestas de la oscilación, la delaminación puede



penetrar el TGO y expandirse a lo largo de la interfaz TGO / bond coat<sup>[30]</sup>. Esto se explica por la distribución de tensiones en el TBC (Fig. 2.15).



**FIGURA 2.15** Esquema de la configuración ondulatoria indicando las zonas de tensión residual en tracción y compresión inducidas por el crecimiento del TGO y los ciclos térmicos<sup>[30]</sup>.

Durante el crecimiento del TGO, con la temperatura, tensiones de tracción normales al sustrato se inducen en el TBC entre dos crestas. Ello ocurre por una incompatibilidad de desplazamiento a lo largo de la interfase en los segmentos curvos. Estas tensiones son capaces de iniciar grietas en el TBC. El TGO experimenta tensión en el plano, con compresión normal a la interfaz<sup>[30]</sup>.

### 2.5.2.3. Soluciones para mejorar el comportamiento de los recubrimientos APS

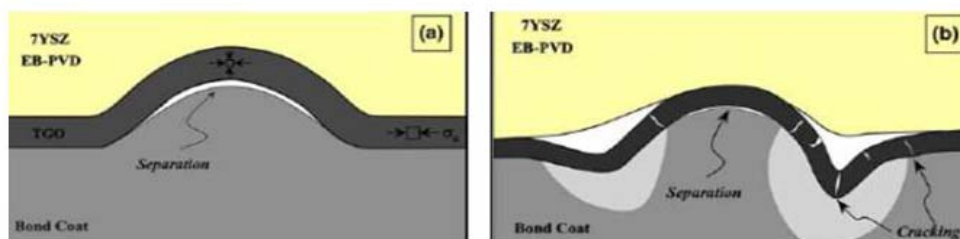
- Aumentar la tenacidad del TBC al eliminar las grietas “intersplats” por métodos de deposición innovadores<sup>[23]</sup>.
- Aumentar la resistencia a la deformación del TBC al introducir separaciones normales a la interfaz cerámica<sup>[23]</sup>.
- Reducir la rugosidad de la superficie del “bond coat” antes de la deposición, pero sin sacrificar la buena adhesión del recubrimiento APS con el “bond coat”, con el fin de reducir las tensiones normales a la interfaz que conducen a la fisuración en el límite BC / TGO<sup>[31]</sup>.
- Como la rotura está regida por el espesor del TGO, reducir la velocidad de crecimiento del TGO, al utilizar “bond coats” más resistentes a la oxidación, o consiguiendo interfases BC/TBC de menores temperaturas en servicio, utilizando TBC con una conductividad térmica menor (grietas y porosidad)<sup>[32],[33]</sup>.



### 2.5.3. Mecanismos de rotura en los recubrimientos por EBPVD

#### 2.5.3.1. Mecanismos de delaminación

En los recubrimientos obtenidos por EBPVD se destacan dos modos de rotura principales<sup>[34]</sup>. El primero conduce a una separación localizada en la interfaz TGO/“bond coat” debido a esfuerzos de tracción crecientes normales a las discontinuidades que se forman a lo largo de los bordes de grano del “bond coat”. El segundo mecanismo es regido por deformación plástica cíclica del “bond coat”, lo que conduce a una delaminación en la interfaz TGO/“bond coat” (Fig. 2.16). El primer mecanismo es el que determina la vida a la ruptura del TBC<sup>[34]</sup>.

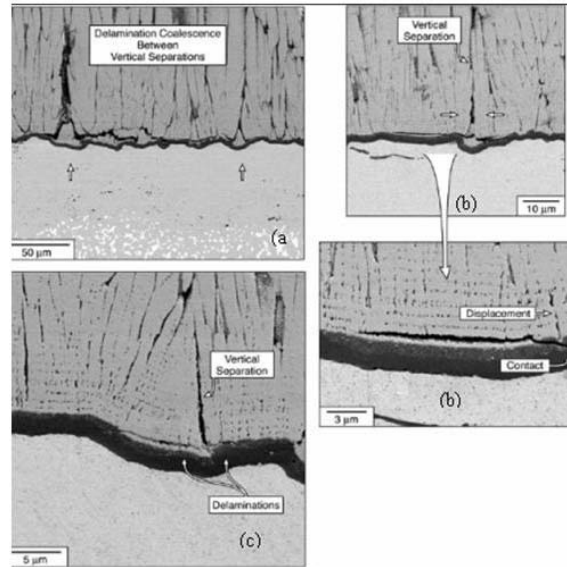


**FIGURA 2.16** (a) Mecanismo 1: Regido por la separación a lo largo de la cresta del “bond coat” debido a esfuerzos de tensión normales aumentando con el crecimiento del TGO<sup>[34]</sup>. (b) Mecanismo 2: El aumento progresivo de la irregularidad de la superficie del “bond coat” conduce a la separación en la interfase TBC/bond coat<sup>[34]</sup>.

En los recubrimientos fabricados por EBPVD algunos autores han reportado la posible influencia de separaciones verticales entre las columnas en el proceso de delaminación de los TBC<sup>[35]</sup>. La serie de fotografías siguiente (Fig. 2.17) muestra las posiciones de estas separaciones verticales en el caso de una deposición EBPVD, y su influencia en el proceso de delaminación después de varios ciclos a temperatura<sup>[36]</sup>. Se observa un incremento en el número de separaciones verticales en el TBC después de la fatiga térmica<sup>[35]</sup>.

Unas se extienden dentro del TBC (Fig. 2.17 (a) y (b)) mientras que otras quedan atrapadas (Fig. 2.17 (c)). Se destacan fácilmente delaminaciones que se extienden desde las bases de las separaciones, y que además tienen longitudes del orden de la distancia entre dos separaciones verticales. Estas separaciones verticales y las delaminaciones están a menudo asociadas al perfil ondulatorio del TGO (Fig. 2.17 (a) y (b)), lo que supone que la constricción en estos lugares durante el crecimiento del TGO tiene un papel en su formación y propagación<sup>[35]</sup>.



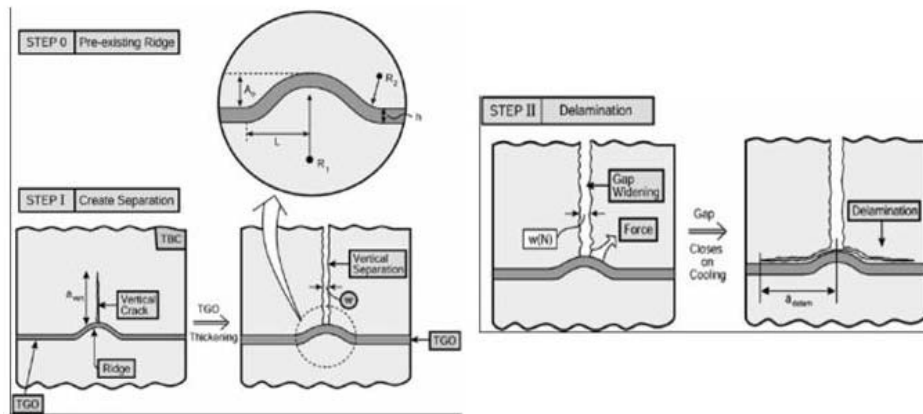


**FIGURA 2.17** Micrografías de MEB mostrando las separaciones verticales encontradas en el TBC después de sufrir fatiga térmica. (a) La delaminación coalesce por formación de grietas en el TBC, en las crestas del TGO. (b) Separación que corresponde a un poro del TGO, lo que indica un deslizamiento del TBC durante el crecimiento del TGO, resultando en una separación vertical. (c) Separación vertical en un TBC con una pequeña delaminación en su base<sup>[36]</sup>

El esquema de delaminación en este caso se describe a continuación en una serie de esquemas en dos etapas (Fig. 2.18) <sup>[35]</sup>. Las separaciones en el TBC se pueden formar y abrirse con el tiempo y con la temperatura por un mecanismo de sinterización. Alternativamente, el crecimiento del TGO puede también contribuir a esta apertura. Las posibilidades de formación de grietas en las crestas del TGO se muestran en la figura 2.18. En estos lugares, el crecimiento del TGO durante los ciclos térmicos impone una presión sobre el TBC resultando en una red local de esfuerzos verticales (Fig. 2.18). Esta fuerza desplaza el TBC, aumentando el ancho de la separación. Cuando el ancho de la brecha alcanza un valor de alrededor de 8 micras<sup>[35]</sup>, las delaminaciones se vuelven inestables y provocan la “spallation” del TBC. La “spallation” prematura puede facilitarse por la coalescencia de delaminaciones nucleando en las bases de las separaciones verticales. Este mecanismo de delaminación es más evidente cuando el módulo del TBC aumenta, es decir cuando ocurre la sinterización durante fatiga, y cuando se utilizan recubrimientos más finos.

En estos lugares, el crecimiento del TGO durante los ciclos térmicos impone una presión sobre el TBC resultando en una red local de esfuerzo vertical (Fig. 2.18). Esta fuerza desplaza el TBC, aumentando el ancho de la separación. Cuando el ancho de la brecha alcanza un valor de alrededor de 8 micras; las delaminaciones se vuelven inestables y provocan la spallation del TBC<sup>[35]</sup>.





**FIGURA 2.18** Representación esquemática de las dos etapas de la delaminación<sup>[35]</sup>. Parte 1: Formación de una separación vertical durante la formación del TGO, en una cresta de éste. Parte 2: influencia de la separación en la delaminación.

## 2.6. Daño por fatiga por contacto

La prueba de indentación es una forma muy económica de evaluar la resistencia mecánica de estos tipos de sistemas TBC. La utilización de indentadores esféricos permite determinar un comportamiento global del material con respecto a la presencia de las porosidades y a la microestructura característica de las TBC. Esta técnica permite también evaluar el comportamiento de un sistema TBC respecto a la repetición de ensayos múltiples con una carga constante que genera fatiga por contacto al material.

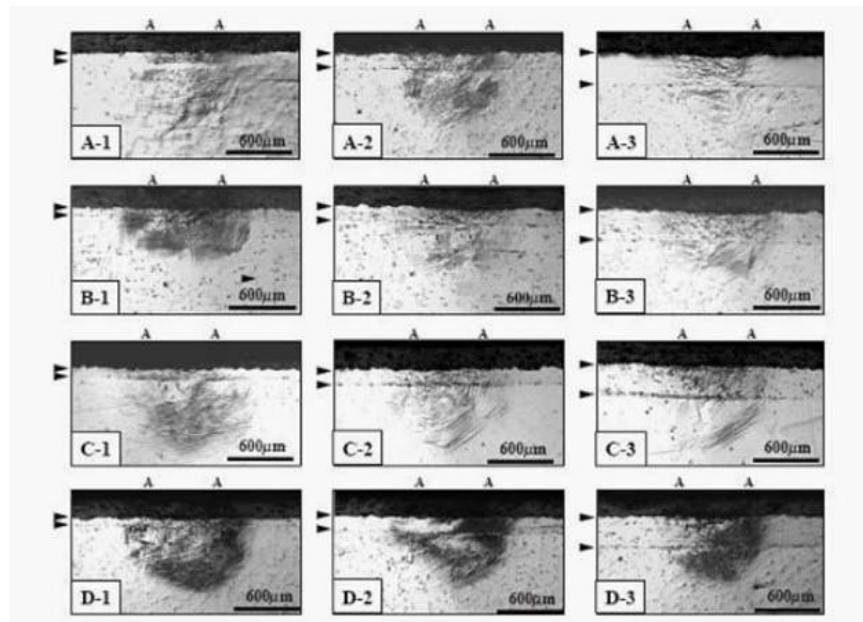
### 2.6.1. Caso de un recubrimiento APS

Las indentaciones esféricas sobre recubrimientos APS se traducen en un aplastamiento de la capa y un desplazamiento del material hacia el exterior bajo carga<sup>[22]</sup>(Fig. 2.19). En este caso aparecen grietas entre los “splats” que conducen a una delaminación del material en superficie mientras se propagan. Entonces en el caso APS, la rotura del material corresponde al estado superficial del recubrimiento cerámica.

La figura 2.19 muestra las fisuras en las zonas dañadas por una indentación (Hertziana) con un indentador esférico, antes y después que las probetas sufran la fatiga térmica.). Sin sufrir la fatiga térmica, las zonas de daño están bien definidas para espesores de “bond coat” finos (Fig. 2.19 A-1). Cuando crece el espesor de éste, la zona de daño en el sustrato se reduce



(Fig. 2.19 A-1, A-2), indicando que la capa de “bond coat” actúa como un amortiguador y juega también un papel importante en el daño macroscópico del sustrato<sup>[22]</sup>.



**FIGURA 2.19** Micrografías de las secciones de muestras con varios espesores de “bond coat” (1,2,3)(0.08,0.14 y 0.28 mm, respectivamente) antes y después de sufrir fatiga térmica en varias condiciones (A,B,C,D)(antes,950°C-10h, 950°C-100h y 1100°C-10h,respectivamente). Las flechas indican las interfases entre el recubrimiento, “bond coat” y el sustrato. Los ensayos se hicieron con una esfera de WC de  $r = 3,18\text{ mm}$  y  $P = 1500\text{ N}$ . La distancia A-A representa el diámetro de contacto<sup>[22]</sup>.

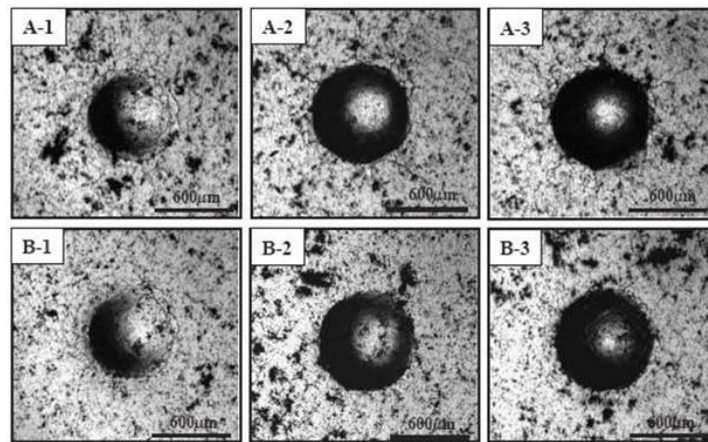
Después de sufrir fatiga térmica (Fig. 19 B C, y D), la zona de daño en el “bond coat” y en el sustrato aumenta considerablemente, en particular para las temperaturas más altas. Se espera entonces una discontinuidad de esfuerzos y deformaciones entre el recubrimiento, el “bond coat” y el sustrato, lo que se puede ver, como por ejemplo, con un análisis de dureza o de modulo de Young a lo largo del material, pasando de una capa a otra<sup>[22]</sup>.

Otra posibilidad para explicar el desarrollo del daño después de los ensayos de fatiga térmica es la más baja energía de absorción en el recubrimiento exterior bajo carga, debido a la resinterización de la capa y al crecimiento del TGO en la interfaz “bond coat”/recubrimiento<sup>[12]</sup>.

La figura 2.20 muestra una serie de fotografías que contienen los resultados de fatiga por contacto por un espesor de “bond coat” de 0,14mm a 1,  $10^5$  ciclos,  $10^6$  ciclos con una carga aplicada de 1000 N con un indentador esférico de radio 1,98 mm, antes y después de ciclos de fatiga térmica a  $T = 950\text{ °C}$  por 100 horas. Antes de la fatiga térmica, grietas radiales aparecen en los TBC y esto con más importancia a más altos números de ciclos (A-3). Con



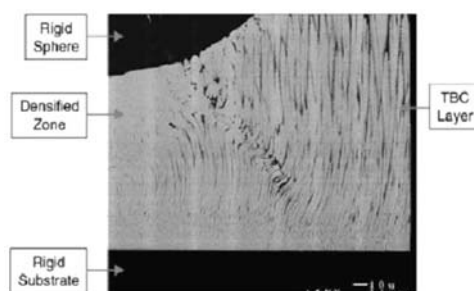
fatiga térmica, se destacan menos esas grietas hasta llegar a  $10^5$  ciclos de fatiga, pero incluso a  $10^6$  ciclos se notan menos grietas que a  $10^5$  sin fatiga térmica. Cuando se aumenta o se reduce el espesor del “bond coat”, los resultados son similares <sup>[12]</sup>.



**FIGURA 2.20** Daño de fatiga por contacto en muestras TBC antes (A) y después de la fatiga térmica a 950 °C por 100 horas y (B) a varios valores de ciclos ( $1, 10^5, 10^6$ ) y a una frecuencia de 10 Hz <sup>[12]</sup>.

### 2.6.2. Caso de un recubrimiento EBPVD

En el caso de las capas EB-PVD, no se han hecho muchos estudios de fatiga por contacto. Sin embargo, existe una bibliografía muy interesante sobre indentaciones esféricas realizadas en temperatura. Se ha observado que la deformación de la capa de cerámica se caracteriza por la aparición de una banda de cizalladura<sup>[37]</sup>, y por la formación de una zona plástica (representativa de la deformación de la circona dentro de las columnas) justo debajo del indentador en el caso de indentaciones realizadas a altas temperaturas<sup>[38]</sup> (ver Figura 2.21). Se ha también observado que la nucleación de esta banda de cizalladura coincide con la aparición de una zona delaminada localizada en la intersección entre la banda de cizalladura y la interfaz entre la “bond coat” y la TBC.



**FIGURA 2.21** Sección transversal de un recubrimiento de circona depositado por EBPVD después de sufrir fatiga térmica y fatiga por contacto<sup>[38]</sup>.



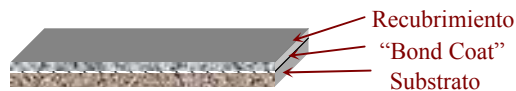


### III. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se realizaron estudios de fatiga térmica y por contacto a probetas con sistemas de barreras térmicas depositadas por APS y EB-PVD. Estas probetas simulan un comportamiento a corto plazo de álabes de turbinas de avión sometidas a altas temperaturas, los cuales pueden sufrir daños por efecto de gradientes térmicos variantes o por efectos cíclicos de tensiones compresivas externas e internas. Los materiales que constituyen cada una de estas capas se mencionarán a continuación.

#### 3.1. Materiales

El material de estudio para los ensayos de fatiga térmica está constituido por 12 probetas de 5x10mm aproximadamente de Inconel 625 (su composición química fue descrita en la parte precedente) recubiertas por una capa de zircona estabilizada con 8%at. Itria (8YSZ) de alrededor de 200 $\mu$ m de espesor depositada por los métodos de APS (obtenidas de la empresa “Plasma & Thermal Coatings LTD”. Applied Surface Technology. Inglaterra) y EB-PVD (obtenida del “Centro Alemán Aeroespacial” Alemania). El esquema de estas probetas se muestra en la Fig. 3.1.



**FIGURA 3.1** Esquema de las probetas utilizadas.

El material contiene una capa intermedia entre el recubrimiento y el sustrato, que constituye el “bond coat” que se compone de Cobalto, Níquel, Cromo, Aluminio, e itria (CoNiCrAlY).

#### 3.2. Ensayos de Fatiga Térmica

Este ensayo es importante debido a las fallas observadas en los álabes de turbina por efecto de las altas temperaturas y de la oxidación del material. Los ensayos de fatiga térmica



se realizaron a 1000°C por 1, 500 y 1000 ciclos y a 1200 °C por 1 y 500 ciclos, para cada una de las probetas con recubrimientos fabricados por los métodos de deposición APS y EB-PVD descritas anteriormente. También se utilizó una probeta recubierta por EB-PVD que se sometió a un tratamiento térmico durante 10 horas a 1100°C de temperatura continua, en el mismo horno que se utilizó para los ensayos de fatiga térmica.

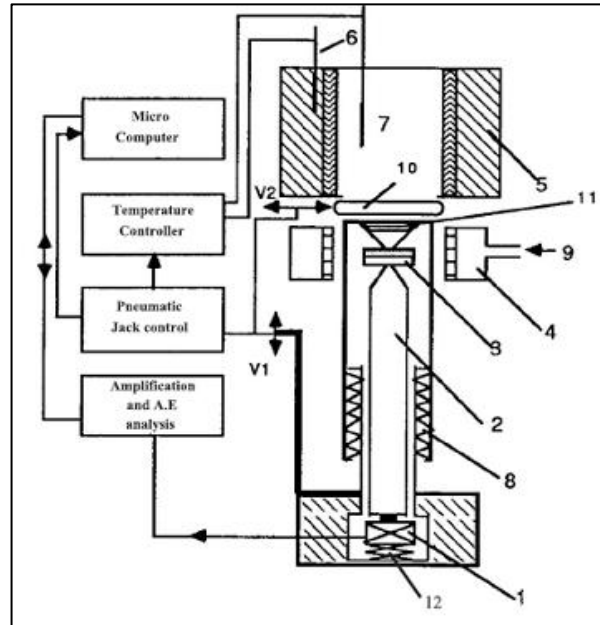
Las probetas estudiadas para ensayos de fatiga térmica se muestran en la tabla 3.1 y el esquema del equipo utilizado se muestra en la Fig. 3.2

**TABLA 3.1** Probetas estudiadas de inconel con recubrimientos de circona depositada por el método APS y EBPVD sometidas a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C

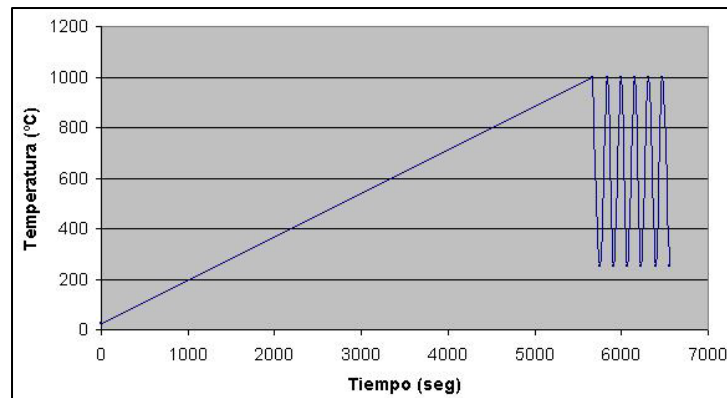
Probetas	Temperatura (°C)	Ciclos (rpm)
APS (6)	1000	1
		500
		1000
	1200	1
		500
		0
EB-PVD (6)	1000	1
		500
		1000
	1200	1
		500
		0

Para cada ensayo de tratamiento térmico cíclico, cada probeta se coloca sobre una base circular compuesto de alúmina y se introduce automáticamente en un horno (marca ENERGON) que se programa a la temperatura y el número de ciclos deseados. Las probetas entran en el horno una vez que este ha alcanzado la temperatura programada, permanece dentro hasta que la termocupla en contacto con la probeta indique que esta ha alcanzado la temperatura del horno, esto ocurre en aproximadamente 80 seg. En este momento la plataforma que soporta la probeta desciende 30 cm aprox., extrayendo la probeta del horno y esta permanece fuera del horno otros 80 segundos. Este proceso se repite durante el número de ciclos programados. La figura 3.3 muestra el proceso de operación del horno de fatiga térmica.





**FIGURA 3.2** Esquema del horno de fatiga térmica. (1) Traductor piezoeléctrico, (2)Guía de onda (3)Probeta (4)Sistema de acondicionamiento de aire (5)Horno (6)(7)Termocuplas (8)(12)Resortes de compresión (10)Compuerta (11)Base.



**FIGURA 3.3** Modo de operación del horno de fatiga térmica

Luego de este proceso las probetas son preparadas metalográficamente, para su posterior análisis microestructural mediante microscopía óptica y microscopía de fuerza atómica para la realización de medidas de dureza del recubrimiento. De acuerdo a esto, para estas probetas se siguieron los siguientes pasos.

### 3.2.1. Preparación Metalográfica

**Embutido:** Con la finalidad de facilitar la manipulación de las probetas durante la preparación, se realizó el embutido de las mismas, colocando estas de tal manera que la sección longitudinal de la probeta quede expuesta para posterior observación, utilizando una mezcla de resina marca ORTOPOL 2196 Transparente con 10 gotas de catalizador marca X-8 de 25cc. Esta solución se depositó en un envase cilíndrico de 3.18 cm de diámetro aproximadamente junto con una probeta perteneciente a cada tratamiento de fatiga térmica.

**Desbaste y Pulido:** Las lijas usadas para el desbaste fueron de P280, P600 y P1200. Para el pulido, se usaron suspensiones de diamante de 6 y 3 $\mu$ . Se emplearon los paños de pulido correspondientes para el tipo suspensión de diamante y para el tipo de material a pulir, en este primer caso se utilizaron paños de pulido para cerámicas. Una vez finalizado el pulido con diamante se usó una suspensión coloidal de sílica en un paño extrafino especial para pulitura final. Posteriormente para eliminar partículas de sílica o restos del material de pulido de la superficie se usó este paño pero solo con abundante agua.

### 3.2.2. Medición de dureza

Después de pulir la superficie longitudinal de las probetas recubiertas con circonita, se procedió a medir dureza Vickers en su superficie. Para las probetas recubiertas con EB-PVD (incluyendo la probeta que únicamente se sometió a un tratamiento térmico constante) se utilizó un microdurómetro marca AKASHI (10g-1kg) con el cual se realizaron 10 indentaciones por probeta a una carga de 1Kg en un tiempo de 10 segundos. Para las probetas de APS se utilizó un durómetro marca FRANCK (1kg-250kg) con el cual se realizaron 10 indentaciones por probeta a una carga de 20Kg en un tiempo de 10 segundos. Estas indentaciones se observaron en el microscopio óptico para medir su área de contacto. Luego, se tomó un promedio de todas las medidas para obtener un valor final de dureza para cada una de las probetas.

Luego de medir dureza se procedió a cortar las probetas transversalmente de tal manera de poder observar cada una de las capas que la conforman, las cuales se componen: de la aleación de Inconel 625 (substrato), la capa de "bond-coat" y el recubrimiento de circonita. El corte se realizó con una cortadora Marca STRUERS MINITOM a 150 rpm.



Seguidamente se siguieron los mismos pasos de desbaste y pulido descritos anteriormente para la zona transversal de las probeta con cada recubrimiento. De esta manera se tomaron fotomicrografías ópticas de las zonas longitudinal y transversal para su posterior análisis.

### 3.2.3. Observación Sin Ataque

Mediante la técnica de microscopía óptica se realizó la observación de las probetas previamente preparadas metalográficamente, con un microscopio óptico marca MOTIC. Los aumentos utilizados fueron 15x y 50x para cada probeta, con recubrimientos fabricados por los métodos de APS y EB-PVD. Este estudio fue realizado con la finalidad de caracterizar microestructuralmente cada una de las capas que conforman las muestras y poder diferenciar la microestructura de un recubrimiento depositado por el método APS y EB-PVD, los cuales pueden ser observados sin necesidad de atacar al material.

Las muestras patrón (sin tratamiento) y la muestra sometida a fatiga térmica a 1000°C durante 1000 ciclos, también fueron observadas con microscopía de fuerza atómica por medio de un Microscopio de Fuerza Atómica Marca DIGITAL INSTRUMENTS, Modelo *Multimode*, para así poder observar el perfil de rugosidad de los diferentes recubrimientos. Este microscopio se muestra en la figura 3.4.



FIGURA 3.4 Microscopio de Fuerza Atómica *Digital Instruments*



### 3.3. Tratamiento térmico para las probetas de inconel 625

Es necesario estudiar el comportamiento del inconel 625 de acuerdo a la temperatura aproximada que alcanza la aleación al estar recubierta por una barrera térmica durante el funcionamiento de la turbina la cual se estipuló a una temperatura menor a 1000°C.

En este ensayo, se tomaron cuatro probetas de inconel 625; una se utilizó como probeta patrón a temperatura ambiente y las otras tres se sometieron a tratamientos térmicos de normalizado durante diez horas a 680°C, 850°C, 1090°C respectivamente. Estas probetas se colocaron en el horno. Una vez que el horno alcanzó la temperatura deseada, se mantuvieron durante el tiempo antes mencionado y luego se retiraron y dejaron enfriar al aire libre hasta temperatura ambiente. Seguidamente se realizó la preparación metalográfica para su posterior evaluación microestructural.

#### 3.3.1. Preparación Metalográfica

**Embutido:** En este ensayo se realizó el embutido de las probetas de inconel utilizando una prensa de baquelita negra de manera que se haga más fácil el proceso de desbaste y pulido de las probetas ya que la superaleación utilizada corresponde a la clasificación de material blando.

**Desbaste y Pulido:** Para este caso se utilizaron las lijas de P280, P600 y P1200 para desbastar y eliminar completamente las capas de recubrimiento de barrera térmica y del “bond-coat”. Para el pulido, se usaron suspensiones de diamante de 6 y 3 $\mu$  y se emplearon paños de pulido correspondientes a materiales blandos. Al finalizar el proceso de pulido se utilizó el paño extrafino especial para pulitura final únicamente con agua.

#### 3.3.2. Ataque Químico

Para poder observar la microestructura del inconel correctamente es necesario someterlo a un ataque químico o electrolítico. Luego de haber realizado varios intentos de ambos tipos de ataque, se encontró que el ataque más efectivo para lograr revelar de manera más óptima la microestructura de la aleación Inconel 625 es por medio de un ataque químico con una



solución de 60ml de HCl, 6gr de  $\text{CuCl}_2$  y 6 ml de agua destilada diluida al 50% en etanol. Mediante este ataque se lograron revelar los bordes de grano y los precipitados presentes.

### 3.3.3. Medición de dureza

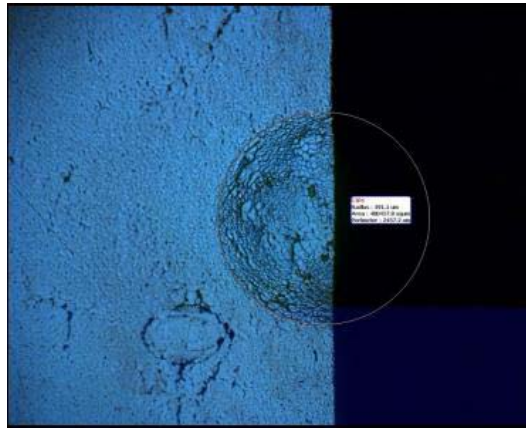
Se realizó la medición de dureza Vickers de todas las muestras del inconel 625, tanto a la probeta a temperatura ambiente como a las probetas tratadas térmicamente a las diferentes temperaturas mencionadas. Las indentaciones se realizaron en el interior de los granos y no en los bordes de los mismos y se tomaron distribuidamente en cada uno de ellos con una carga de 200gr en un tiempo de 10 seg cada indentación. Se realizaron 10 medidas por probeta y se tomó el promedio de las mismas.

### 3.4. Ensayos de Fatiga por contacto

Este ensayo es importante para poder conocer los mecanismos de deformación de los sistemas TBC así como sus propiedades mecánicas y de esta manera poder evaluar los daños cíclicos.

Se realizaron ensayos de fatiga por contacto en dos probetas sin tratamiento térmico recubiertas con el método APS y EBPVD y en una probeta recubierta por EBPVD sometida a un ensayo previo de fatiga térmica a una temperatura de  $1000^\circ\text{C}$  durante 1000 ciclos. El número de ciclos de contacto para cada una de estas probetas es de 1, 100, 10.000, 100.000 y 1.000.000. El ensayo se realizó en un equipo de fatiga por contacto Marca INSTON, Modelo 8511. Las probetas se fijaron a un soporte y con un indentador esférico de 2,5 mm de diámetro de carburo de tungsteno (CuW) se realizaron las indentaciones cíclicas sobre las probetas utilizando una carga de 200 N. Previo los ensayos, las probetas fueron preparadas metalográficamente hasta pulido final con pasta de diamante de  $3\mu$  en su sección longitudinal. Una vez finalizado el ensayo, las probetas fueron observadas longitudinal y transversalmente mediante microscopía óptica. Para poder observar las secciones transversales fue necesario pulir las probetas después de los ensayos de indentación cíclica. La preparación de la sección transversal se realizó desbastando hasta el inicio de la huella con lijas de P1200 y luego puliendo con los paños de pulitura hasta llegar exactamente a la mitad de la huella circular de la indentación, como se indica en la Figura 3.5, finalizando el pulido final con sílica.

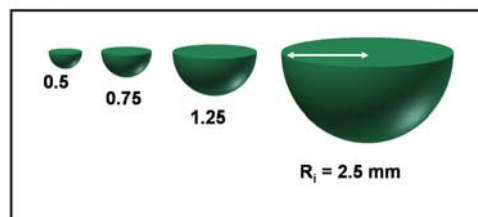




**FIGURA 3.5** Ejemplo donde se muestra la pulitura que se realizó hasta la mitad de una huella de indentación cíclica

Las secciones transversales de estas muestras se observaron por microscopía electrónica de barrido, utilizando un microcopio Marca JEOL, para su posterior análisis microestructural.

En el mismo equipo de fatiga de contacto, se realizaron indentaciones de 1 solo ciclo variando la carga de indentación de 10 Kg a 100 Kg con indentadores esféricos de carburo de tungsteno con 4 diámetros diferentes (1mm; 1,5mm; 2,5mm y 5mm) en probetas recubiertas por EB-PVD y APS a temperatura ambiente. El radio de estos indentadores se muestra en la figura 3.6



**FIGURA 3.6** Indentadores utilizados con diferentes diámetros

Los ensayos de fatiga por contacto se realizaron con esferas de carburo de tungsteno (CuW) de diámetros de 1mm; 1,5mm; 2,5mm y 5mm; en una máquina de ensayos servo-hidráulica INSTRON modelo 8511; la velocidad de aplicación de la carga durante el ensayo es de 100N/seg en el caso de ciclo simple, y en los ensayos de fatiga de contacto se realizó con una frecuencia de 10Hz. Las cargas aplicadas van desde 100 hasta 1000N en muestras perfectamente pulidas.





Seguidamente, en una máquina de “scratch” Marca CSM, Modelo *Revetest*, se realizó un ensayo de indentación esférica en probetas de EB-PVD utilizando cargas progresivas que van desde 3 a 190N. En este experimento se utilizaron indentadores de 0.5, 0.75, 1.25 y 2.5 mm como se muestra en la figura 3.5 y se aplicó la misma carga para cada uno de ellos a manera de comparar el efecto del tamaño de indentación con respecto a los esfuerzos generados en el material. Se obtuvieron las microestructuras de las huellas residuales en probetas perfectamente pulidas en donde el radio residual de estas huellas se midió en función de la carga aplicada.

Finalmente se realizó un experimento de fatiga por contacto desde 1 ciclo hasta  $10^5$  ciclos con un indentador esférico de 2.5 mm en probetas perfectamente pulidas transversalmente. Este ensayo permite observar de manera macroscópica los daños que se generan en el sustrato de inconel con ambos tipos de recubrimiento (APS y EB-PVD) a partir de los ensayos de fatiga por contacto. El experimento consiste en preseccionar la muestra en dos mitades antes de la indentación y unir las de nuevo de manera de realizar la indentación en la mitad del corte de las probetas utilizando un pegamento de “super glue” por la base de la probeta para evitar su deslizamiento durante el proceso. Luego de este ensayo, se separaron las probetas y se observaron por microscopia óptica, se debe resaltar que estas probetas no se deben pulir después del ensayo para poder observar estos daños en el Inconel.

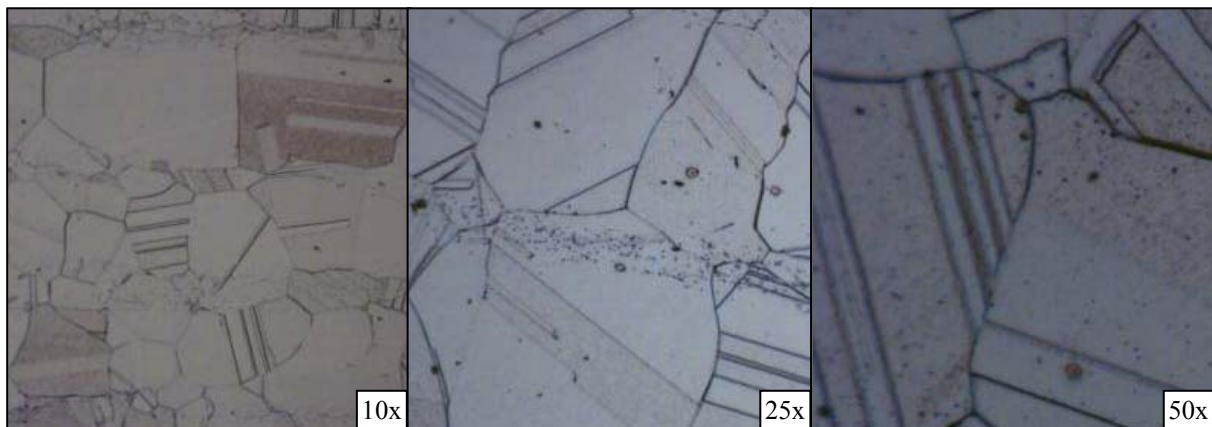


## IV. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIONES

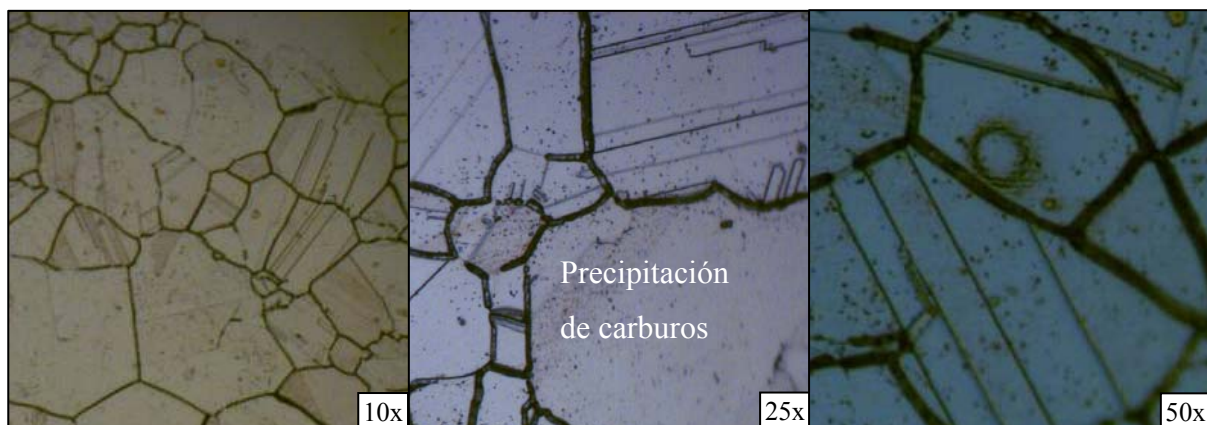
### Primera Parte: *Tratamientos Térmicos en el Inconel 625*

#### 4.1. Análisis microestructural y evaluación de dureza de las probetas de Inconel 625

A continuación se muestran las micrografías pertenecientes a probetas de Inconel 625 atacadas químicamente, sometidas a tratamientos térmicos con diferentes temperaturas. Este ensayo se realizó con el propósito de verificar que los resultados para las barreras térmicas no dependen directamente del sustrato.

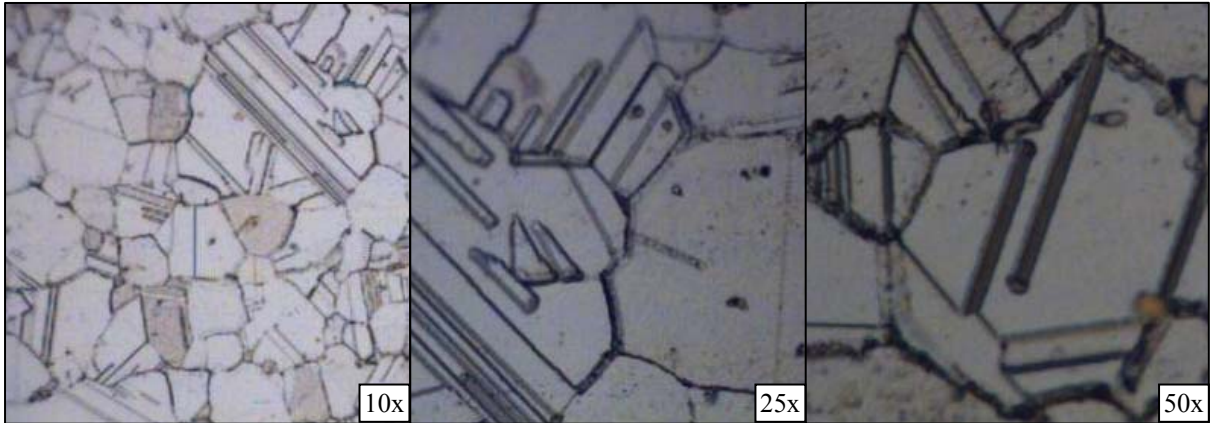


**FIGURA 4.1** Microestructuras a diferentes aumentos de Inconel 625 a temperatura ambiente atacado con una solución de  $\text{FeCl}_3$  y  $\text{HCl}$ , diluida 1:1 en etanol durante 6min.

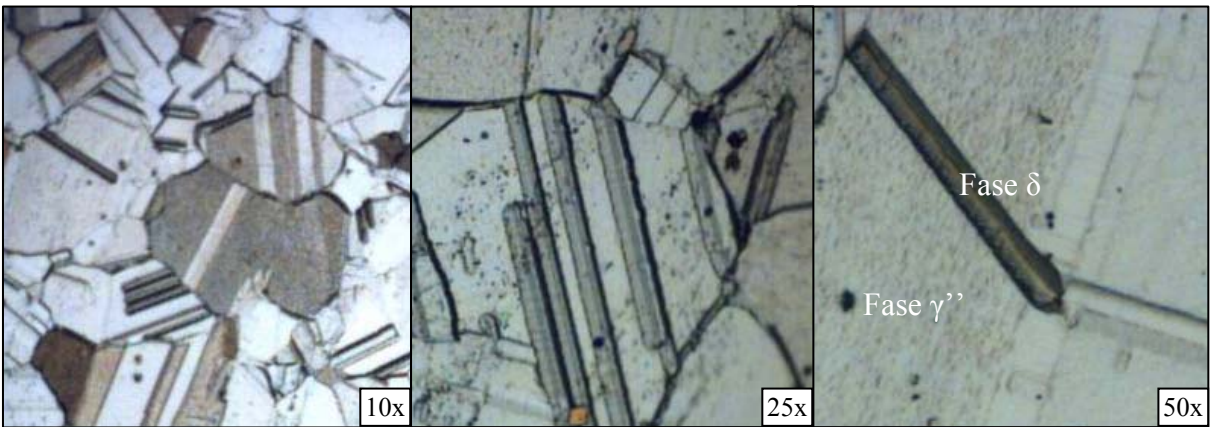


**FIGURA 4.2** Microestructuras a diferentes aumentos de Inconel 625 sometido a un recocido a  $650^\circ\text{C}$  durante 10 horas y atacado con una solución de  $\text{FeCl}_3$  y  $\text{HCl}$ , diluida 1:1 en etanol durante 6min.

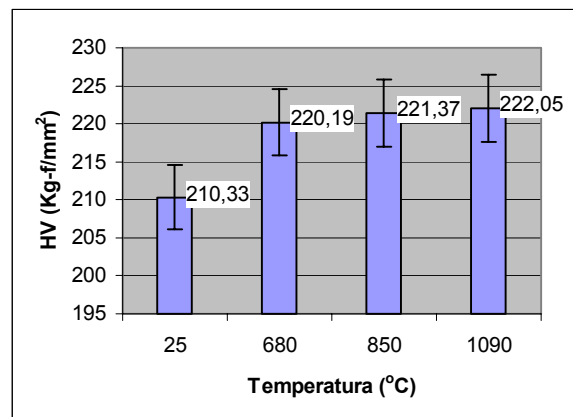




**FIGURA 4.3** Microestructuras a diferentes aumentos de Inconel 625 sometido a un recocido a 850°C durante 10 horas y atacado con una solución de  $\text{FeCl}_3$  y  $\text{HCl}$ , diluida 1:1 en etanol durante 6min.



**FIGURA 4.4** Microestructuras a diferentes aumentos de Inconel 625 sometido a un recocido a 1090°C durante 10 horas y atacado con una solución de  $\text{FeCl}_3$  y  $\text{HCl}$ , diluida 1:1 en etanol durante 6min



**FIGURA 4.5** Dureza superficial Vickers del Inconel para una probeta patrón a temperatura ambiente y tres probetas tratadas térmicamente a altas temperaturas de recocido (680°C, 850°C, 1090°C) durante 10 horas cada uno.

En los álabes de turbina de aviones, se utilizan estos recubrimientos para proteger la aleación de gradientes de temperatura y de posibles efectos de oxidación. Sin embargo, se ha observado que estas barreras pueden sufrir fallas por fatiga térmica y propagarlas al sustrato.

Por ello, se hizo un análisis microestructural y de dureza del inconel para averiguar si las fallas de estas barreras térmicas pueden cambiar de acuerdo a variaciones en el sustrato.

Al observar las microestructuras del inconel sometido a un tratamiento térmico constante (figuras 4.1-4.4) y las durezas obtenidas para cada probeta (figura 4.5) se puede decir que el comportamiento de esta superaleación es prácticamente invariable con respecto al efecto de las altas temperaturas. Sin embargo, visto de una manera más detallada, se observa en la gráfica HV-Temperatura que la dureza aumenta ligeramente en función de un aumento de temperatura. De acuerdo a esto, se hizo un análisis microestructural del comportamiento del inconel y se observó que las propiedades como la dureza y el límite elástico dependen del grado de coherencia, tamaño y distribución de las diferentes fases.

En la figura 4.1, se muestra la microestructura de la aleación de inconel 625 a temperatura ambiente. En ella se observa que los granos no tienen un tamaño uniforme y se pueden evidenciar las maclas presentes en cada uno de ellos. Al aumentar la temperatura a 650°C, también se pueden observar las maclas en los granos, las cuales se notan iguales que las maclas originadas a temperatura ambiente, pero al observar los bordes de grano, se detalla claramente que aumentaron de grosor en la probeta tratada térmicamente. Esto se debe a una precipitación de carburos que se originan por efecto del aumento de la temperatura. Así mismo, se pueden observar pequeños puntos dentro del grano que equivalen a precipitaciones de carburos y de fases intermetálicas. De acuerdo a esto, se ha reportado que la precipitación de los carburos  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$ ,  $MC$  ocurre en un rango de temperaturas relativamente bajas que se encuentra alrededor de 650°C<sup>[2]</sup>. Para el Inconel 625, los precipitados que se encuentran más frecuentemente son las fases intermetálicas  $\gamma''$  ( $Ni_3(Nb, Al, Ti)$ ),  $Ni_2(Cr, Mo)$ , y  $\delta$  ( $Ni_3(Nb, Mo)$ ), y también varios tipos de carburos que precipitan en los bordes de grano como  $MC$ ,  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ <sup>[39]</sup>. Este hecho se puede evidenciar en las figuras a medida que aumenta la temperatura.

Aunque la aleación ha sido inicialmente diseñada para un endurecimiento por solución sólida<sup>[2]</sup>, se observa en la figura 4.5 que la precipitación de fases intermetálicas y carburos ocurre al someter la aleación a tratamientos de envejecimiento a temperaturas cercanas a los 650°C<sup>[39]</sup>. A esta temperatura, ocurre la precipitación de la fase  $\gamma'$ , rica en níquel y molibdeno. Esta fase se transforma gradualmente en  $Ni_3Nb$  ortorrómbico cuando la aleación se calienta por largos tiempos a temperatura intermedias. El endurecimiento por precipitación en la



aleación sometida a 650°C se puede atribuir en gran parte a la precipitación de la fase metaestable  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Al}, \text{Ti})$ ) de estructura BCC y de  $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$  de estructura ortorrómbica. Esta fase se puede distinguir en la microestructura con una forma hexagonal alargada. A tiempos de exposición más largos, la fase  $\gamma''$  se transforma en la fase  $\delta$ , también ortorrómbica. Pero esta fase  $\delta$  también se puede formar directamente a más altas temperaturas desde una solución sólida supersaturada<sup>[39]</sup>.

Según anteriores investigaciones, se reporta que a más altas temperaturas, los precipitados como el  $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$  y el  $\gamma''$  comienzan a disolverse<sup>[39]</sup>, sin embargo, a una temperatura de alrededor de 850°C se observa la aparición de la fase  $\delta$  en forma de agujas alargadas, la cual aumenta su fracción volumétrica al seguir el proceso (ver Fig. 4.4). Esta fase sin embargo, inicia su precipitación a una temperatura de 650°C, a mayores temperaturas esta precipitación ocurre más rápido<sup>[39]</sup>. Los cambios entre el estado inicial y el estado final de las probetas tratadas térmicamente con respecto a su dureza se pueden atribuir a la precipitación de estas fases. Se nota sobre todo un endurecimiento por precipitación atribuido a la fase intragranular  $\gamma''$  y  $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$  a una temperatura de 650°C<sup>[39]</sup>.

En las series de fotografías hechas por las varias temperaturas a cuales se sometieron las probetas de Inconel se nota la precipitación seguida de fases intermetálicas como  $\gamma''$  y  $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$  a partir de 650°C (Fig 4.2), aunque se note con más facilidad la presencia de  $\gamma''$  a 1090°C (Fig 4.4) teniendo en cuenta que crece con la temperatura y así difunde. A partir de 850°C (Fig 4.3) se puede destacar sin dificultad la presencia de la fase  $\delta$  en forma de agujitas, y se puede hablar ya de su existencia a 650°C. Esta fase  $\delta$  se encuentra de mayor tamaño pero con menos densidad, a 1090°C, lo que puede indicar que ya empezó a disolverse. Igualmente, a esta temperatura no se nota más la fase  $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$ .

A una temperatura cercana de 1090°C, la fase  $\text{Ni}_2(\text{Cr}, \text{Mo})$  empieza a disolverse con una velocidad más alta. La precipitación de carburos  $\text{M}_6\text{C}$  se observa en los bordes de grano por cada temperatura, se puede notar en las micrografías que el mayor cambio en el grosor de los bordes de grano fue en la transición de temperaturas desde temperatura ambiente hasta 650°C. A partir de aquí, su grosor se ve casi invariante. Estas observaciones indican que las propiedades de la aleación están influidas por fases intermetálicas en un primer nivel, y luego por carburos entre granos. Estos precipitados implican una disminución en la ductilidad y



resistencia de la aleación ya que la presencia de elementos formadores de carburos en los bordes de grano limita el crecimiento de los granos, tomando en cuenta que el control del tamaño de grano es una condición vital en las superaleaciones.

Puede ser por esto, que la dureza aumenta fuertemente en el primer intervalo de temperatura, luego, aumenta muy suavemente, manteniéndose prácticamente constante. En líneas generales, la variación entre 210 y 220 HV es muy pequeña, por lo que el comportamiento de dureza en el inconel se puede aproximar como incambiable.

Lo importante en este ensayo es que a pesar que esta superaleación sufre de un endurecimiento por precipitación, se comprueba que sus propiedades de dureza prácticamente no cambian con el efecto de un tratamiento térmico, lo que atribuye que este material es apto para este tipo de aplicaciones. Por consiguiente, el estudio de la fractura de los TBC se debe concentrar en la capa exterior de cerámica.

## **Segunda Parte: *Ensayos de Fatiga Térmica***

A continuación se muestran las micrografías ópticas sin ataque correspondientes a distintas probetas con corte longitudinal y transversal de inconel 625 recubierto por el “bond coat” de CoNiCrAlY y por la capa de 8YSZ depositada por los métodos APS y EB-PVD sometida a tratamientos de fatiga térmica. Así mismo, se presentan sus microestructuras vista por AFM (Microscopía de fuerza atómica).

### **4.2. Evaluación Microestructural de los Recubrimientos depositados por APS vistos por microscopía óptica**

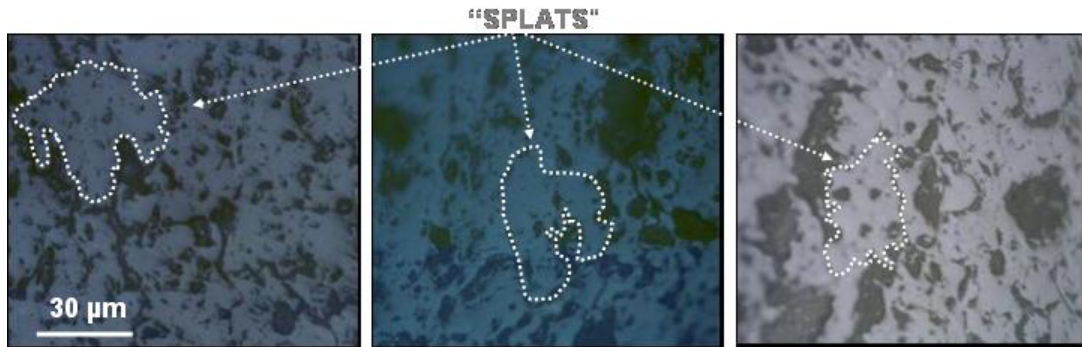
#### **4.2.1. Comparación de microestructuras de la zircona APS de la probeta patrón (T amb) con las probetas patrón de fatiga térmica (1000°C y 1 ciclo; y 1200°C y 1 ciclo).**

En la figura 4.6 se muestran las micrografías correspondientes al corte longitudinal del recubrimiento de YSZ para las muestras patrón de los ensayos de fatiga térmica (1 ciclo) y la probeta a temperatura ambiente. Se puede evidenciar en su microestructura unas estructuras





en forma de “rosetas” denominadas “splats” (como se ha descrito en la primera parte). El método APS está diseñado para incorporar porosidades intersplats durante el proceso de deposición y una red de espacios vacíos en forma de grietas que proveen alguna tolerancia a la deformación y disminuyen la conductividad térmica<sup>[8]</sup>.



**FIGURA 4.6** Fotomicrografías del recubrimiento de circonita depositada por el método APS a Tamb, 1000°C y 1 ciclo; y 1200°C y 1 ciclo respectivamente.

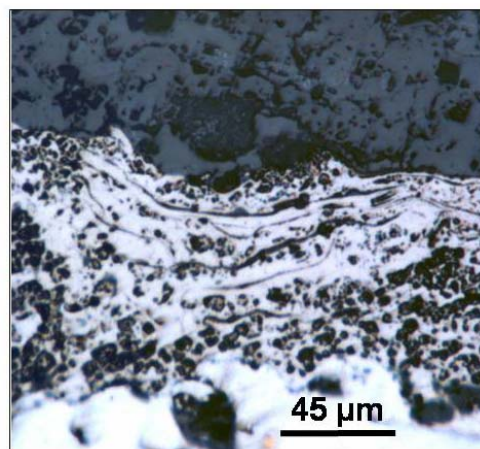
En esta figura se puede observar que las microestructuras de las tres muestras son muy similares entre sí, se evidencia que el tamaño promedio de los “splats” para cada una es casi igual. Esta observación es esperada ya que, a pesar de que existió un tratamiento térmico sobre los recubrimientos que fueron sometidos a 1 ciclo de fatiga térmica, el comportamiento de cada uno de estos recubrimientos es prácticamente igual al comportamiento del recubrimiento que se encuentra a temperatura ambiente, debido a que por un lado, los “splats” están separados entre sí por abundantes porosidades las cuales actúan como barrera de difusión y por otro lado, el tiempo de acción sobre las TBC cuando se someten sólo a 1 ciclo es muy pequeño e insuficiente para que exista alguna modificación en la microestructura o en las propiedades mecánicas de los mismos.

En las figuras 4.7 – 4.12 se presentan las secciones transversales de las probetas de inconel recubiertas por el método APS. En ellas se pueden observar tres capas diferentes en donde la zona clara viene siendo la aleación de inconel 625, la zona intermedia es el “bond coat” el cual presenta gran cantidad de láminas o “splats” puesto que este es depositado también por el método APS y la zona oscura que corresponde al TBC. En este último, se pueden distinguir los “splats” transversales un poco aplastados por efecto del choque de las partículas fundidas y grandes porosidades como se mencionó anteriormente. También se pueden observar en el “bond coat” líneas intermedias que representan las porosidades alargadas en forma de placas ya que esta es una vista transversal de la probeta. El estudio

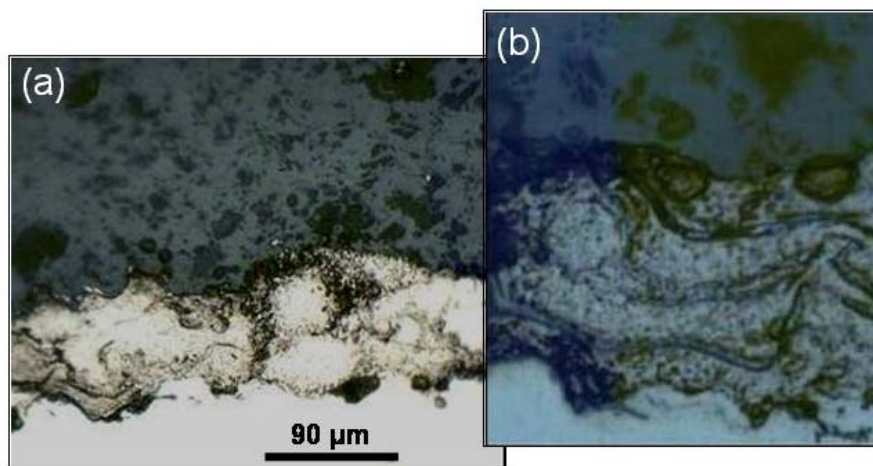


cuidadoso de la microestructura de la sección transversal de los recubrimientos después de que han sido expuestos a los ciclos térmicos de altas temperaturas proporciona una información valiosa sobre el proceso de iniciación, nucleación y crecimiento de grietas lo cual puede ser concatenado con la predicción del tiempo de vida de la pieza.

#### **4.2.2. Microestructura transversal de probetas de inconel 625 con recubrimientos de circona depositada por APS sometidas a tratamientos de fatiga térmica y observadas con microscopía óptica**



**FIGURA 4.7** Fotomicrografía de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por APS sin tratamiento térmico. Sin ataque químico, aumento: 50x



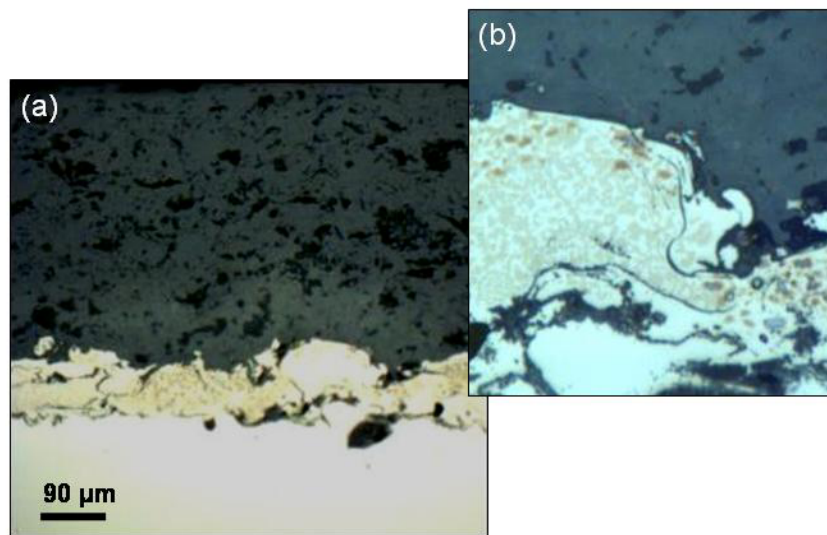
**FIGURA 4.8** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por APS tratada térmicamente a 1000°C y 1 ciclo. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b) (observar “splats” en el “bond-coat”)

Las figuras 4.9 y 4.10 muestran las microestructuras de las probetas que fueron sometidas a 500 y 1000 ciclos respectivamente a 1000°C de temperatura. Se puede observar

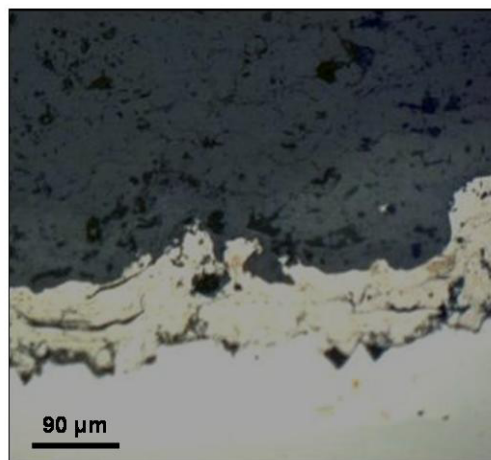




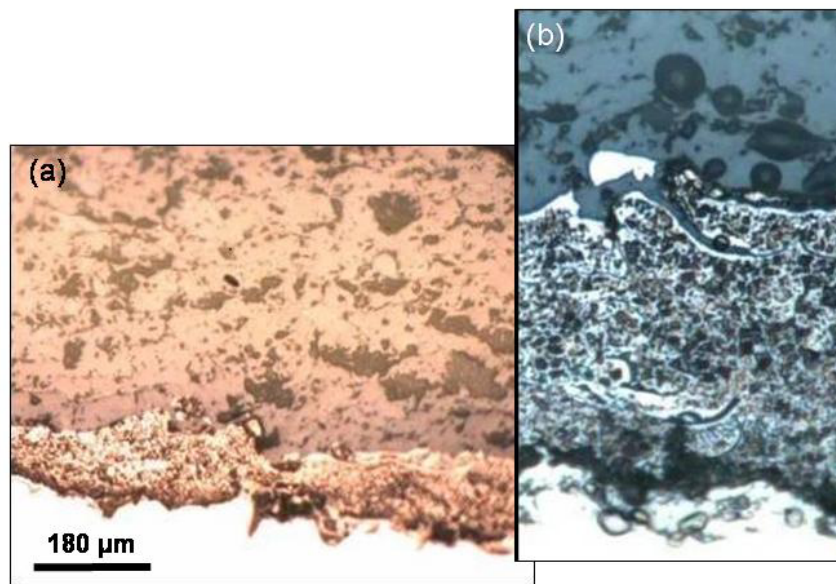
que el espesor del TGO va aumentando a medida que aumenta la fatiga térmica en las probetas; el “bond coat” es diseñado como un reservorio local de aluminio permitiendo que se forme la  $\alpha$ -alúmina ( $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) cuando ingresa el oxígeno a través del TBC (el cual permite la alta difusión del  $\text{O}_2$  característica típica de la circona). La  $\alpha$ -alúmina es el óxido buscado en este proceso ya que es el que posee la mayor adherencia y las mejores propiedades mecánicas<sup>[9]</sup>. Este efecto se puede evidenciar mas claramente en las figuras 4.11 y 4.12(b) donde el crecimiento del TGO aumenta en mayor magnitud al comparar el estado inicial de 1 ciclo (fig. 4.11) y el estado final de 500 ciclos (fig. 4.12); este proceso se debe a que la probeta fue sometida a una temperatura mas alta (1200 °C) y por lo tanto la difusión es mayor.



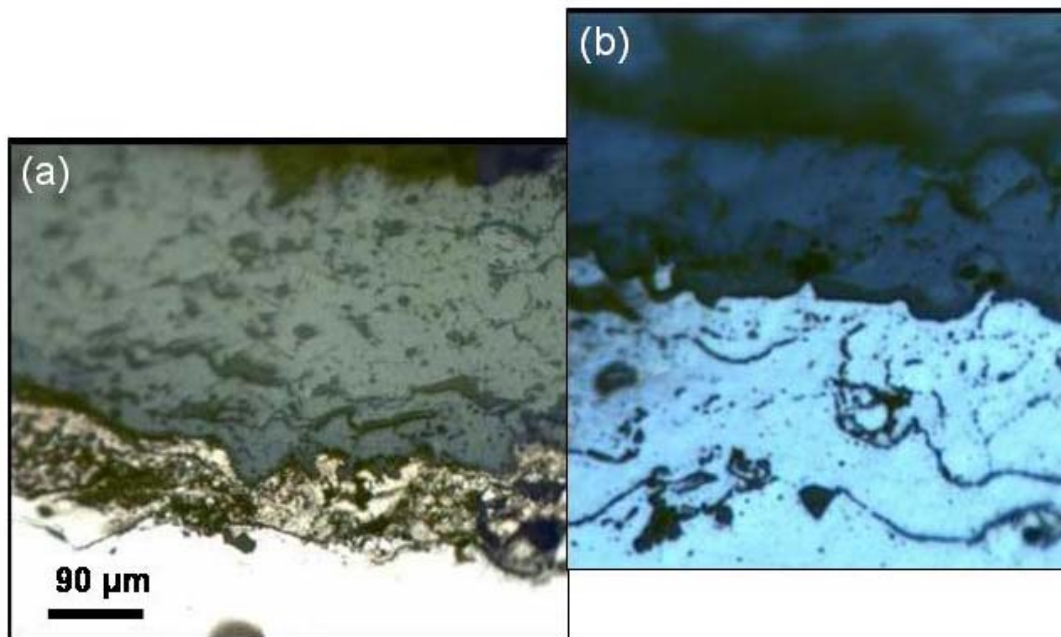
**FIGURA 4.9** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por APS tratada térmicamente a 1000°C y 500 ciclos. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b)



**FIGURA 4.10** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por APS tratada térmicamente a 1000°C y 1000 ciclos. Sin ataque químico con un aumento de 15x(a) y 50x (b)



**FIGURA 4.11** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circonita depositada por APS tratada térmicamente a 1200°C y 1 ciclo. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b) (observar splats en el bond-coat)



**FIGURA 4.12** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circonita depositada por APS tratada térmicamente a 1200°C y 500 ciclos. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b)

La oxidación del “bond coat” está asociada con altas temperaturas, esta oxidación forma la capa TGO la cual ha sido relacionada a la “spallation” del TBC<sup>[19]</sup>. Se cree que estas capas son de alúmina como ha sido mostrado por en varios estudios<sup>[40],[41]</sup>, así mismo, se cree que crecen debido a la oxidación del aluminio en la llama del plasma y durante la formación del



“splat”<sup>[40]</sup>. Su exposición durante los ciclos térmicos a altas temperaturas por largos tiempos genera un crecimiento adicional en el TGO. Este crecimiento, juega un papel crucial en la vida del recubrimiento induciendo la energía de deformación para la propagación de grietas durante el proceso de delaminación. Las fallas suceden cuando las capas se separan sobre un área suficientemente grande para crear una ondulación en gran escala o una delaminación que finalmente produce “spallation” en el sustrato<sup>[19]</sup>.

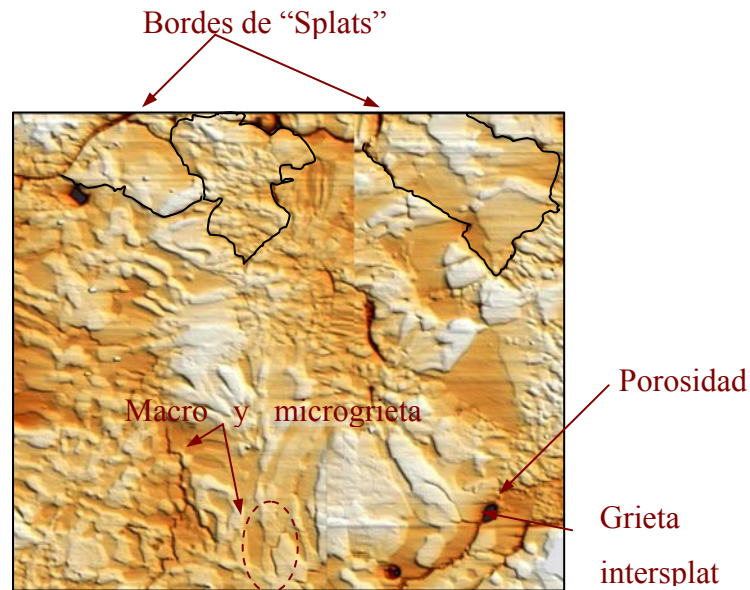
Por su parte, el “bond coat” debe tener suficiente estabilidad morfológica tal que en repetidos ciclos de calentamientos a altas temperaturas y enfriamientos sea capaz de resistirlos sin presentar distorsiones ni presentar incompatibilidades que generen defectos interfaciales.

Así mismo se visualiza claramente que se forman ondulaciones en la interfaz “bond coat”/TBC aumentando la rugosidad de la misma y la amplitud de una onda a medida que aumentan el número de ciclos de fatiga. Debido a que las capas TBC/TGO/“Bond Coat” tienen diferentes coeficientes de expansión térmica (ver anexo 8.3), el TGO experimenta grandes esfuerzos de compresión en el plano especialmente en el enfriamiento los cuales intenta aliviar elongándose a través de desplazamientos fuera del plano. Esto puede suceder por ondulado y también por deformaciones visco-plásticas o termofluencia del “bond coat”. Estos desplazamientos inducen esfuerzos de tensión normales a la intercara que pueden producir mecanismos de delaminación. Es importante resaltar que el proceso de delaminación solo ocurre cuando las ondulaciones son muy altas y ha ocurrido separación en la intercara<sup>[8]</sup>. De esta manera, al aumentar la temperatura se generan esfuerzos de compresión dentro del TGO el cual busca aumentar su tamaño por efecto de la oxidación, sin embargo, al estar este adherido fuertemente al “bond coat”, la única manera que encuentra para disminuir su energía de deformación elástica es ondulándose aumentando de esta forma su longitud. Este proceso requiere que tanto el TGO como el “bond coat” se deformen para acomodar la ondulación. Por otra parte, también puede observarse que el efecto ondulatorio del óxido produce que las porosidades laminares del “bond coat” disminuyan su tamaño por efecto de un aplastamiento de las mismas durante el proceso.

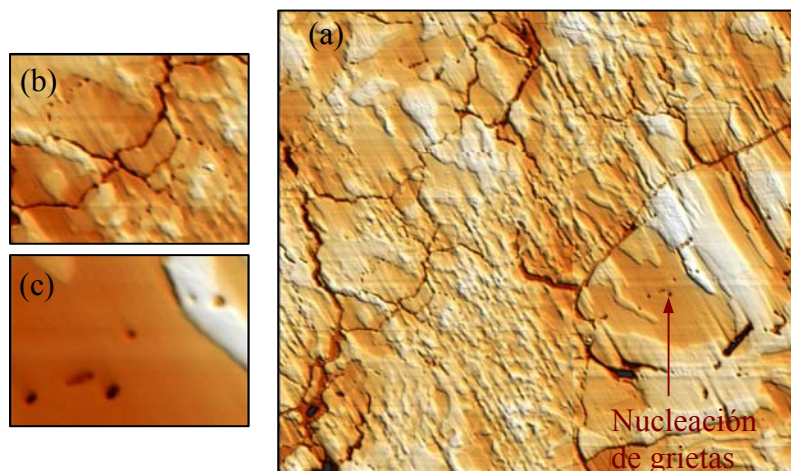
Por microscopía óptica no se observan grietas ni en el TGO ni en el TBC, sin embargo, por AFM se pueden observar claramente las diferencias entre la probeta que se encuentran a temperatura ambiente y la probeta sometida a la condición mas extrema (1200°C 500 ciclos), así como las fallas que surgieron en la misma (ver fig. 4.13 y 4.14)



#### 4.3. Evaluación Microestructural de los Recubrimientos de APS por medio de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)



**FIGURA 4.13** Microestructura transversal del recubrimiento por APS a temperatura ambiente utilizando el método de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) (19\*16.7micras)



**FIGURA 4.14** Microestructura transversal del recubrimiento por APS a 1200°C y 500 ciclos utilizando el método de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) (19\*16.7micras)

Para el caso de la probeta que se encuentra a temperatura ambiente, su microestructura se muestra homogénea con porosidades bastante evidentes. Igualmente, se pueden detallar los bordes de splats a partir de un corte longitudinal de la probeta también llamados grietas intersplats, las cuales se pueden diferenciar de las grietas intrasplats. Para una probeta que no es sometida a tratamientos térmicos, ya existen defectos y grietas sobre el recubrimiento debido al tipo de deposición del APS, el cual resulta del apilamiento de las partículas sobre la



probeta (ver Fig. 4.13). Estas fisuraciones se pueden deber a causa de la presencia de partículas no fundidas que impactan fuertemente sobre el recubrimiento, al contacto imperfecto de las láminas y a los esfuerzos residuales que se generan durante el proceso. Al someter la probeta a un proceso de fatiga térmica a alta temperatura, se puede observar en la figura 4.14 que se presenta una gran cantidad de grietas y porosidades. Este efecto se debe a los gradientes de temperatura que sufre la probeta lo que genera un porcentaje mucho mayor de defectos en comparación con la probeta que no presenta tratamiento térmico. Para este caso se pueden detallar pequeñas porosidades que se forman en línea recta sobre los puntos de mayor concentración de esfuerzos a partir de una grieta ya establecida. Estas porosidades funcionan como puntos de nucleación para la propagación de grietas siguiendo una trayectoria lineal y de esta manera reducir los esfuerzos presentes en la capa. Así mismo se puede observar en esta micrografía que ocurre un efecto de densificación del recubrimiento que disminuye la fracción volumétrica de las porosidades. Los poros iniciales en forma de disco formados en los límites de los “splats” cambian de forma esferoidizándose y disminuyendo su tamaño de una manera similar a la de una porosidad interconectada la cual se rompe y esfeoidiza durante las etapas iniciales o intermedias de la sinterización de polvos compactados<sup>[19]</sup>. La causa principal de la formación de grietas después del proceso de fatiga térmica se debe al ondulamiento del TGO que genera esfuerzos de tensión desde el “bond coat” hacia el TBC por la intermitencia de enfriamientos y calentamientos repetidos y también debido a las tensiones intrínsecas formadas por a la discontinuidad de los coeficientes de expansión térmica.

#### **4.4. Evaluación Microestructural de los Recubrimientos depositados por EB-PVD vistos por microscopía óptica**

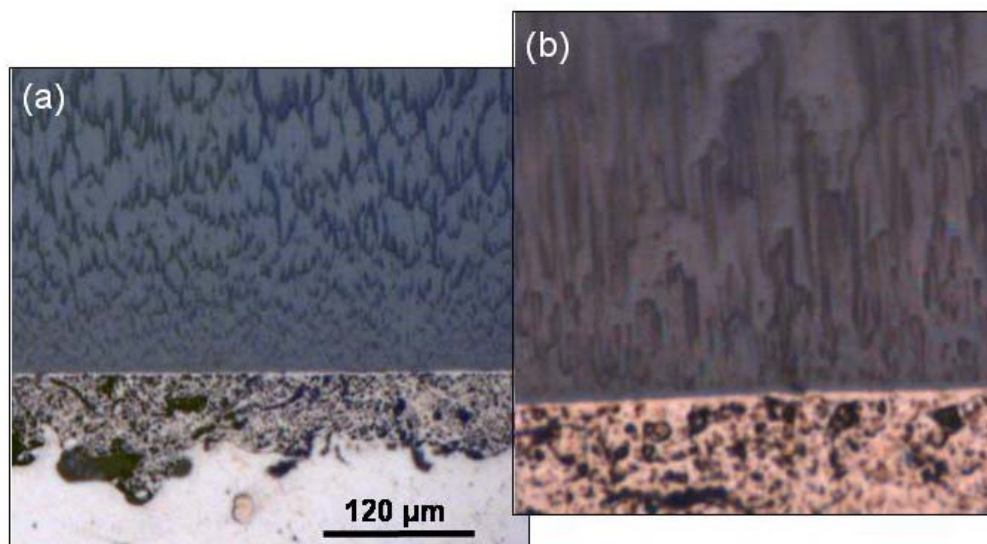
En las figuras 4.15 a 4.20 se presentan las secciones transversales de las probetas utilizadas, con recubrimientos depositados por el método de EB-PVD, desde la muestra patrón a temperatura ambiente y las demás muestras sometidos a varios ciclos de fatiga térmica. Al igual que las figuras que muestran la deposición por APS se evidencian tres zonas claramente delimitadas una de otra: la zona oscura (superior) es el TBC depositado por EB-PVD, la zona intermedia constituye el “bond coat” y la zona clara (inferior) se refiere al sustrato; en las micrografías sometidas a altos ciclos de fatiga también se puede observar una capa oscura muy delgada que se encuentra entre el TBC y el “bond coat” y que corresponde al





TGO. En estas figuras se evidencian los “splats” del bond coat ya que este es obtenido por métodos APS y es el mismo tipo de material que el del caso anterior, por otro lado, la microestructura del recubrimiento de circona/itria es completamente diferente al caso de APS. En este caso, la estructura se compone de columnas que crecen paralelos entre sí y perpendiculares a la interfaz.

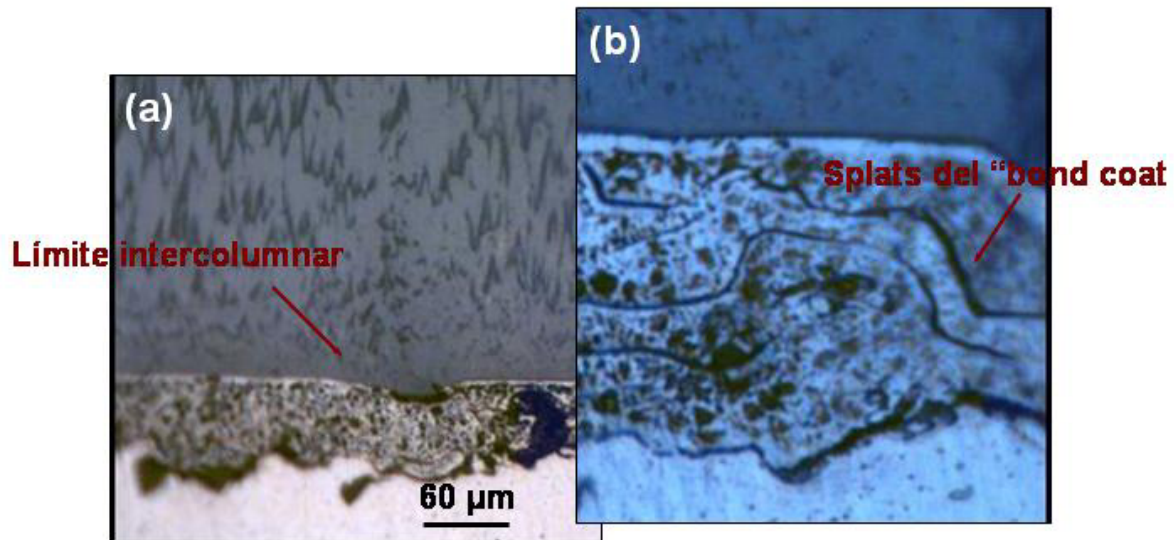
**Microestructura transversal de probetas de inconel 625 con recubrimientos de circona depositada por EB-PVD sometidas a tratamientos de fatiga térmica y observadas con microscopía óptica**



**FIGURA 4.15** Fotomicrografías de corte transversal de probeta a temperatura ambiente de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por EB-PVD. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b)

En la figura 4.15(a) se puede observar en la probeta a temperatura ambiente que la interfaz TBC/“bond coat” es totalmente plana. En la figura 4.15b se presenta la microestructura con un aumento de 50x donde se puede evidenciar más claramente la dirección perpendicular a la intercara del crecimiento de las columnas de circona. Así mismo, se observa el modo de formación de la capa TBC la cual comienza inicialmente su crecimiento a partir de granos equiaxiales y luego continúa con la formación de los granos columnares.





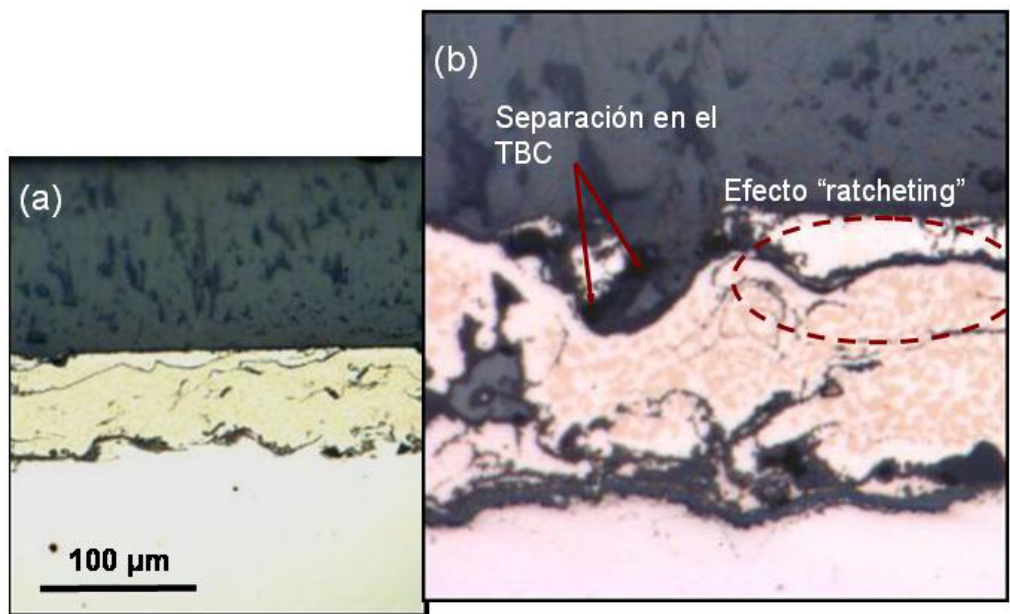
**FIGURA 4.16** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por EB-PVD tratada térmicamente a 1000°C y 1 ciclo. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b) (observar “splats” en el “bond-coat”)

La figura 4.16 muestra la probeta de EBPVD sometida a un tratamiento térmico de 1000°C con 1 ciclo de fatiga. En la misma se detalla que la interfaz TBC/“bond coat” continua siendo planar a pesar del tratamiento térmico. Esto se debe un solo ciclo de fatiga no es lo suficientemente agresivo para generar el efecto ondulatorio en la capa del TGO, y por tanto se podría pensar que este efecto se debe en mayor parte a los ciclos de fatiga y no a la temperatura a la cual se calentó la pieza. Sin embargo, al aplicarle a la probeta un tratamiento térmico a altas temperaturas (1000°C) se puede observar el crecimiento de la capa de óxido a partir del bond coat (ver fig 4.16b). En esta figura también se puede visualizar claramente la capa de “bond coat” donde su estructura es en forma de “splats” los cuales se depositaron por el método APS. En la figura 4.16a se puede observar una porción del TGO que ha crecido en mayor magnitud justo debajo de un límite intercolumnar la cual por ser mas porosa probablemente permite una mayor difusión de oxígeno la cual facilita el proceso de oxidación del “bond coat” en esa zona.

La figura 4.17a se puede evidenciar que la mayor parte de la intercara TBC/“bond coat” se encuentra en forma planar, sin embargo se ven ciertas regiones que presentan ondulaciones a causa de los ciclos de fatiga los cuales generan esfuerzos de tensión y compresión laterales y axiales sobre la capa del TGO. Esta capa se muestra más gruesa en comparación con el caso 1000°C-1 ciclo, ya que estuvo expuesto durante un tiempo prolongado a alta temperatura. Por su parte, la figura 4.17b muestra el detalle de una ondulación formada entre el TGO y el TBC.



En la punta de la cresta de la ondulación se puede detallar una separación entre el “bond coat” y el TGO, lo que se debe a la existencia de esfuerzos de tensión normales que aumentan con el crecimiento del TGO y que propagan las grietas existentes en él. Además, como esta irregularidad es bastante elevada, su aumento progresivo conduce a la separación en la interfaz TGO/bond coat. También en esta figura se evidencia la microestructura característica del “bond coat” que está constituido por las fases intermetálicas  $\beta$ -NiAl y  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al.

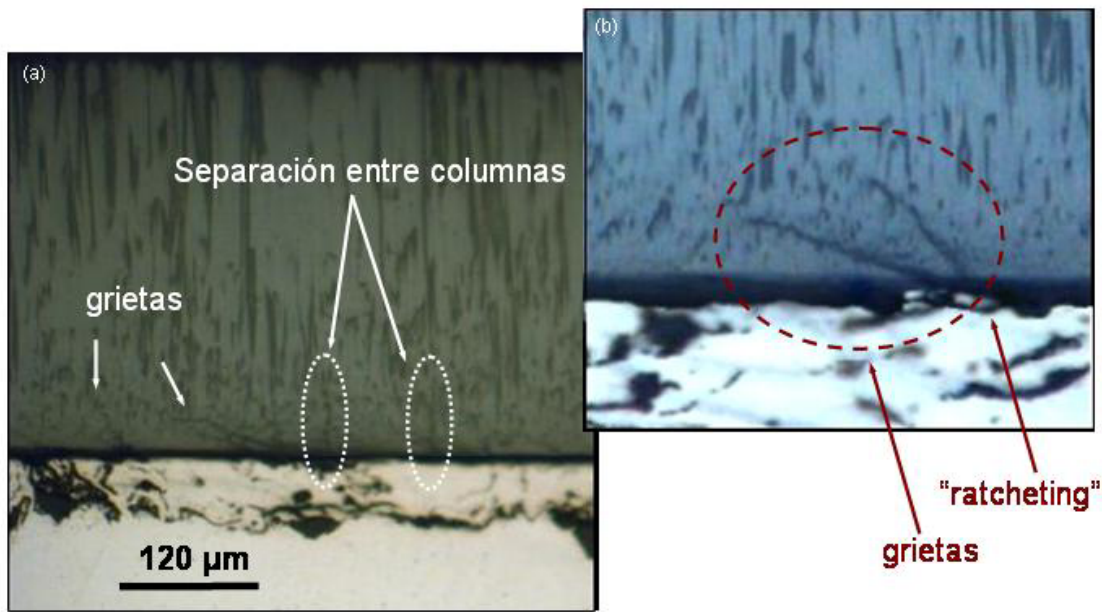


**FIGURA 4.17** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de Inconel 625 con recubrimiento de circonita depositada por EB-PVD tratada térmicamente a 1000°C y 500 ciclos. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b)

Igualmente, a la derecha de la figura, se observan pequeñas grietas en el TGO/“bond coat” lo cual está ligado a la magnitud y a la escala de los esfuerzos que aumentan a medida que el TGO crece en espesor, debido a la exposición de ciclos térmicos prolongados. La combinación de los esfuerzos creados por el desajuste en el coeficiente de expansión térmica y las deformaciones de crecimiento, causan la penetración del TGO dentro del “bond coat” por un mecanismo denominado “*ratcheting*”<sup>[9]</sup>, el cual sucede en ondulaciones de la intercara que exceden una amplitud crítica, lo que induce esfuerzos por encima del esfuerzo de fluencia del “bond coat”, además también debe haber una orientación “blanda” del bond coat es decir, una orientación altamente susceptible a la deformación plástica normal a la intercara<sup>[42]</sup>. Como consecuencia de esto, se inducen esfuerzos de tensión en el TBC los cuales se traducen en un factor de intensidad de esfuerzos que actúa sobre la nucleación y propagación de las grietas. Este fenómeno se intensifica cuando la probeta se somete a mayores temperaturas, efecto que se puede observar en la figura 4.18



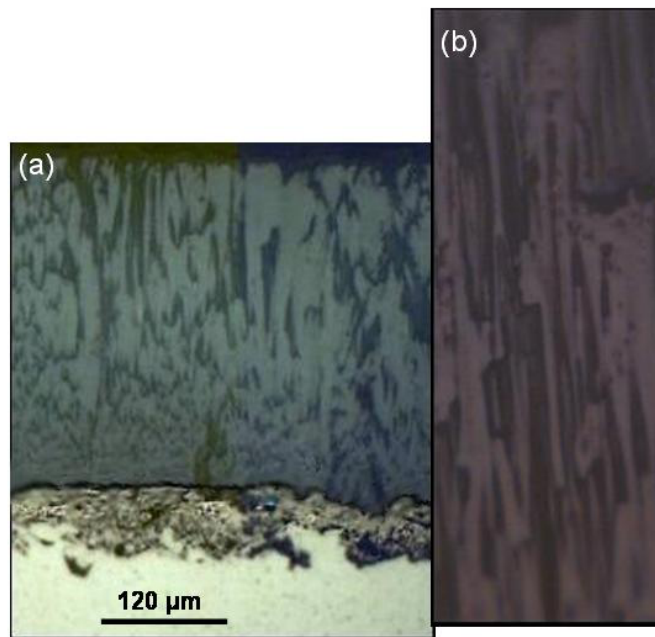




**FIGURA 4.18** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circonita depositada por EB-PVD tratada térmicamente a 1200°C y 500 ciclos. Sin ataque químico con un aumento de 15x (a) y 50x (b)

En esta figura se presenta la microestructura transversal de la probeta EB-PVD sometida a un ensayo de fatiga térmica durante 500 ciclos a 1200°C. Aquí ya se pueden detallar las grietas que se forman por el efecto de ciclos térmicos debido a los cambios de los esfuerzos que existen en el TGO, los cuales pueden aparecer cuando se unen las deformaciones generadas por el crecimiento del óxido y las deformaciones causadas por la diferencia en los coeficientes de expansión térmica lo que también genera una separación entre columnas, en este caso, el efecto para pocos ciclos es relativamente pequeño debido a la fluencia del “bond coat” que equilibra estos esfuerzos. Sin embargo, cuando hay muchos ciclos presentes, los desplazamientos del TGO dentro del “bond coat” tienen un mayor efecto sobre la falla del TBC. A altas temperaturas, pueden desarrollarse esfuerzos de tensión que tienden a relajarse por termofluencia del “bond coat”, pero también en la mayoría de los casos el TGO se agrieta<sup>[20]</sup>. Este agrietamiento del óxido surge a raíz de un mecanismo de “ratcheting” ocasionando la propagación de la grieta en el TBC. Este es el principio de un fenómeno de delaminación en la capa, el cual se puede detallar perfectamente en esta microestructura ya que la brecha existente entre el “bond coat” y el TBC es sumamente grande. Este mecanismo de delaminación es probable cuando el módulo del TBC aumenta, es decir cuando ocurre una sinterización durante fatiga





**FIGURA 4.19** Fotomicrografías de corte transversal de probeta de inconel 625 con recubrimiento de circona depositada por EB-PVD tratada térmicamente a 1000°C y 1000 ciclos . Sin ataque químico. Aumento de 15x (a) y 50x (b)

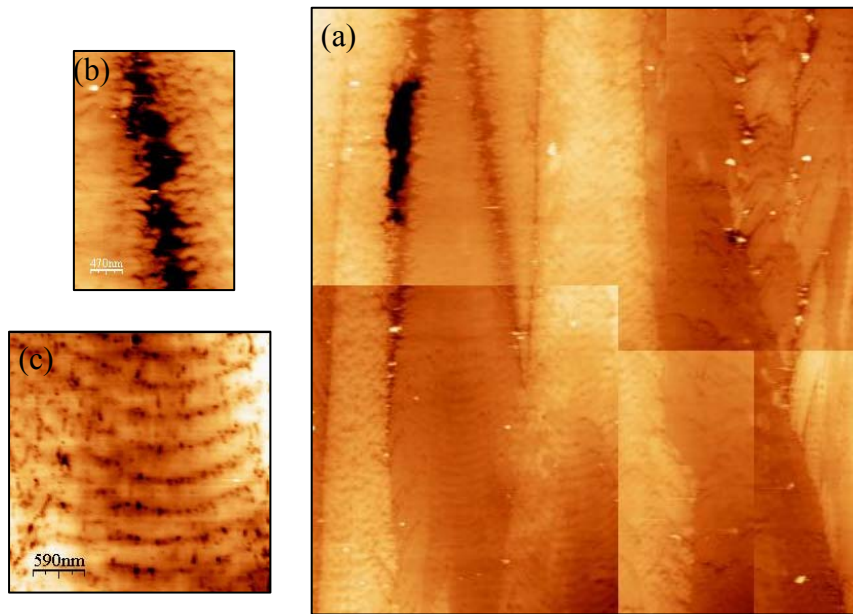
En la figura 4.19(a) se muestra la microestructura del recubrimiento cuando esta sometido a una (1000°C y 1000 ciclos). Se detalla el crecimiento del TGO debido a que fue expuesto a alta temperatura durante más tiempo, así como también se puede distinguir el aumento en la ondulación de esta capa si se compara con el caso anterior. La figura 4.19(b) muestra en mayor aumento (50x) la estructura de las columnas después del proceso de fatiga térmica, la cual se puede comparar con la estructura de esta capa para la probeta que se encuentra a temperatura ambiente y se puede observar que se mantiene prácticamente igual en lo que se refiere al tamaño de las columnas, sin embargo existen cambios microestructurales a gran escala característicos a este tipo de deposición que no se pueden observar por microscopía óptica. De esta manera se utilizó la microscopía de fuerza atómica para distinguir el efecto que produce la fatiga térmica en estos recubrimientos. Las condiciones de deposición en este método son diseñadas para crear la estructura columnar con porosidad multiescala que se observan por AFM las cuales proveen la tolerancia a la deformación y también reducen la conductividad térmica.

En las figuras 4.20 - 4.25 se pueden observar más claramente las microestructuras transversal y longitudinalmente obtenidas por AFM. En este caso se puede evidenciar que hay más pequeñas porosidades a Tamb. Con el aumento de la temperatura, las porosidades se



agrupan para formar porosidades más grandes con una forma esférica quasi-perfecta más estable.

#### 4.5. Evaluación Microestructural de los Recubrimientos de EB-PVD por medio de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

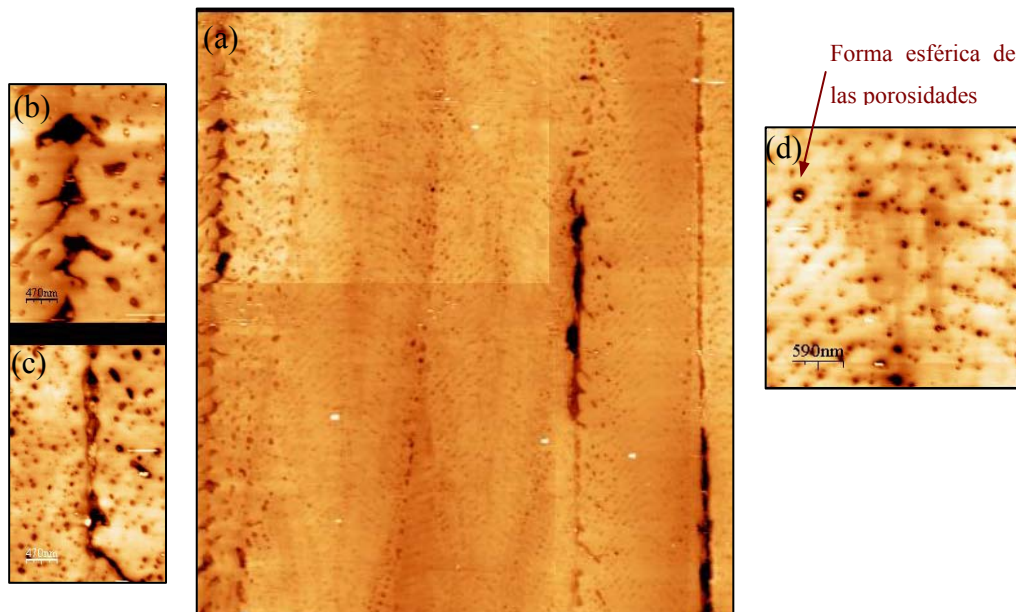


**FIGURA 4.20** Microestructura transversal del recubrimiento por EB-PVD a temperatura ambiente utilizando el método de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

De acuerdo a las micrografías de las secciones transversales de los recubrimientos por EB-PVD y conociendo las diferencias de coeficientes de expansión térmica entre los recubrimientos y la superaleación (ver anexo 10.4) se concluye que la mayoría de las columnas individuales de los recubrimientos no se encuentra en contacto para temperaturas típicas de operación. El examen de las micrografías tomadas en su estado inicial y después de varios ciclos parece indicar que los bordes de columnas tienen una forma de pequeñas plumas las cuales se pueden comparar con una estructura dendrítica.

La morfología de estas superficies, inicialmente es muy rugosa (ver fig 4.20 (b y c) pero después de ser expuesto a un proceso de fatiga térmica a alta temperatura (1200°C) se suaviza por difusión superficial para crear una morfología superficial ondulatoria (ver fig 4.21 (d)). Algunos autores han reportado que el hecho del suavizamiento morfológico se debe a una capa muy fina que se forma en la superficie, pero que la porosidad interna justo por debajo de la superficie se mantiene igual<sup>[37]</sup>.



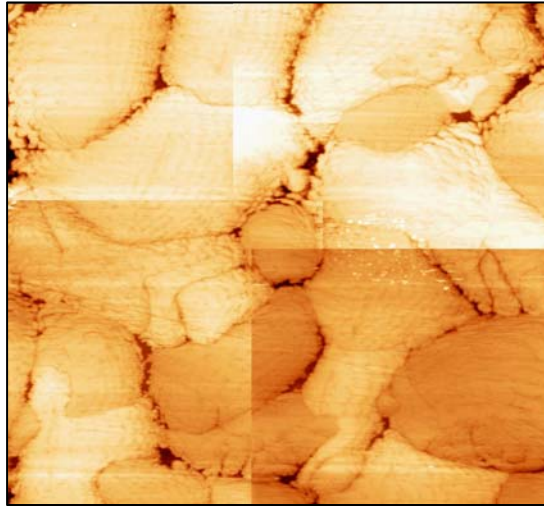


**FIGURA 4.21** Microestructura transversal del recubrimiento por EB-PVD a 1000°C y 1000 ciclos utilizando el método de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

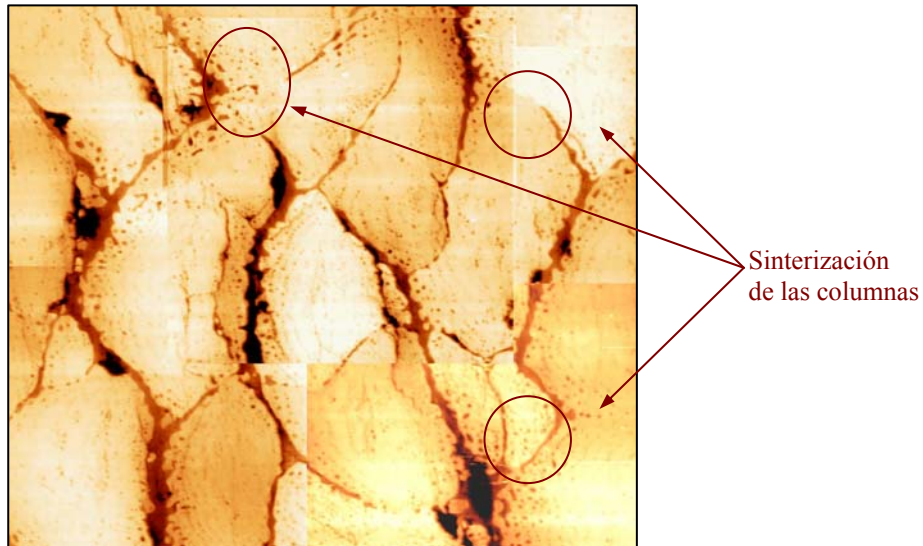
De la misma manera, también el fenómeno de sinterización que ocurre después de varios ciclos de fatiga térmica, ocasiona que las columnas se unan entre sí en varias regiones disminuyendo de esta manera el volumen de porosidad presente (ver fig 4.23 (b y c)). Las columnas entonces se curvan de forma cóncava y convexa con una fuerza de atracción entre ellas solo en el plano del recubrimiento<sup>[37]</sup>. La rugosidad inicial de las columnas se suaviza al unirse entre sí los pequeños brazos dendríticos que se encuentran alrededor de ellas y formando puentes que dan origen al principio de la sinterización. En la figura 4.23 se puede observar esta perturbación curva en el corte transversal de las columnas tratadas térmicamente. Se visualiza claramente al compararla con la micrografía tomada para probetas a temperatura ambiente (fig. 4.22) que las mismas sufrieron un efecto de sinterización tratando de unirse unas con otras y aumentando el tamaño de las porosidades en su interior por efectos difusionales. Es de hacer notar que el tamaño de la columna no aumenta con la fatiga térmica, lo que se observa es el corte transversal de una perturbación convexa en los bordes de cada columna.







**FIGURA 4.22** Microestructura longitudinal del recubrimiento por EB-PVD temperatura ambiente utilizando el método de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

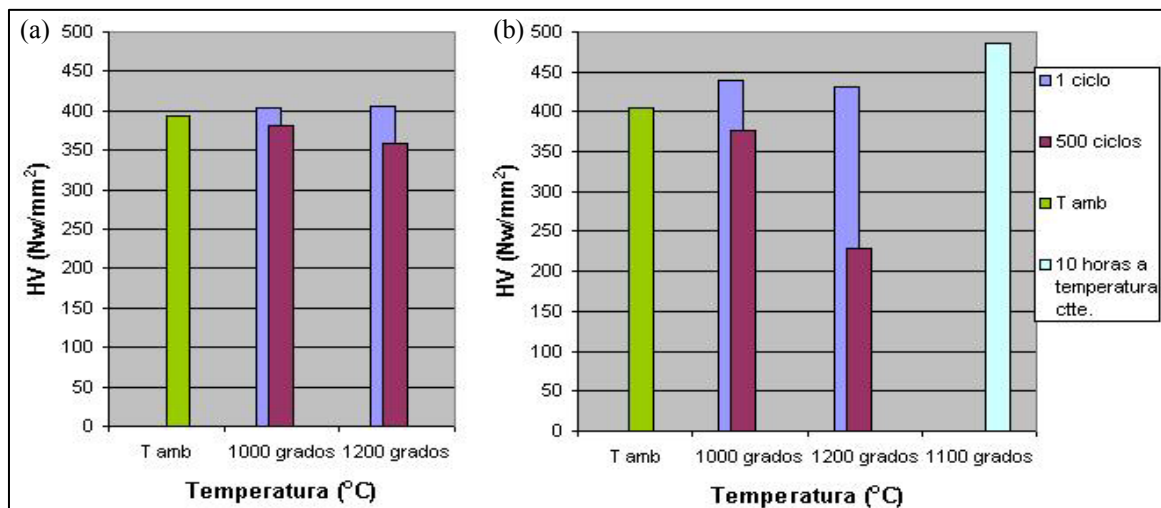


**FIGURA 4.23** Microestructura longitudinal del recubrimiento por EB-PVD a 1000°C y 1000 ciclos utilizando el método de Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

#### 4.6. Evaluación de dureza superficial Vickers para los recubrimientos por APS y EB-PVD

El fenómeno de sinterización que ocurre en los TBC se forma generalmente en todas las cerámicas porosas al verse sometidas a altas temperaturas ya que de esta forma se reduce la energía superficial asociada con al área superficial de las porosidades<sup>[17]</sup> Inevitablemente, este proceso incrementa el valor del módulo elástico y de esta manera aumenta la fragilidad del material; sin embargo, en las figuras 4.24-4.25 se puede observar que la dureza del

recubrimiento de zircona por APS y por EB-PVD disminuye a medida que aumenta el número de ciclos. Esto es lógico ya que, según una curva tensión-deformación, a mayor fragilidad de la capa de cerámica, el material alcanza la fractura con menor porcentaje de deformación dando origen a mayor formación de grietas.



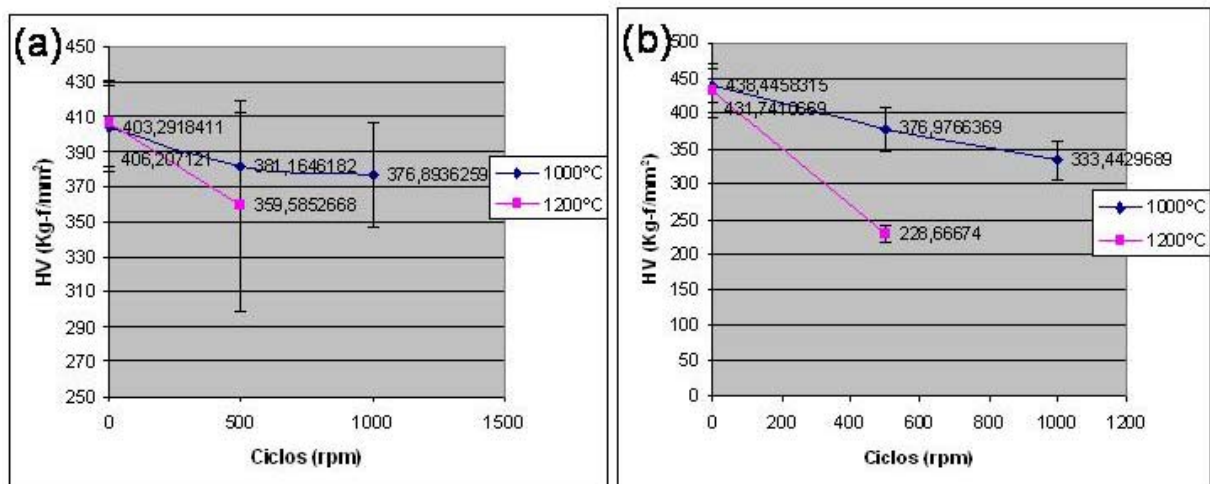
**FIGURA 4.24** Comparación de dureza Vickers entre probetas a temperatura ambiente y probetas sometidas a 1 ciclo y 500 ciclos de fatiga térmica para las temperaturas de 1000°C y 1200°C (a) recubrimiento por APS (b) recubrimiento por EB-PVD en donde se compara también una probeta sometida a 1100°C durante 10 horas continuas.

Como se explicó anteriormente a medida que aumenta el número de ciclos a altas temperaturas, más se deforma el TGO de manera ondulatoria. Así, el valor de dureza resulta menor que a temperatura ambiente ya que al penetrar el indentador sobre la capa del TBC, se abren mas las grietas presentes en los recubrimientos de APS y los espacios entre columnas para el caso del EB-PVD (ver figura 4.25 a y b). Por otra parte, al comparar las probetas a temperatura ambiente y las probetas de 1 ciclo de fatiga térmica, se observa que, tanto para los recubrimientos de APS como para los de EB-PVD el valor de las durezas es bastante parecidos y en ambos, el valor es mayor para 1 ciclo térmico. Esto se vincula con el hecho de que estas probetas fueron efectivamente sometidas a un tratamiento térmico de normalizado ya que fueron calentadas a alta temperatura y luego se dejaron enfriar al aire libre.

Se puede observar también en la figura 4.24 que se realizó un experimento para los recubrimientos por EB-PVD que consiste en tratar térmicamente una probeta hasta una temperatura de 1100°C durante 10 horas continuas sin ciclos térmicos. En este caso se puede evidenciar que la dureza aumenta en gran escala debido al fenómeno de densificación, en el cual al aumentar la temperatura, el material se compacta y las partículas se unen entre sí



eliminando las porosidades, pero al no haber ciclos térmicos, no se presenta deformación del TGO en el material y por lo tanto no se generan grietas en el recubrimiento. Este fenómeno es contraproducente ya que al eliminarse las porosidades, consecuentemente aumenta el coeficiente de conductividad térmica<sup>[8]</sup> y disminuye la protección del sustrato. De aquí la importancia del diseño de los recubrimientos, el cual fue adaptado para un modelo real de comportamiento basado en cambios constantes de temperaturas de exposición sobre el material

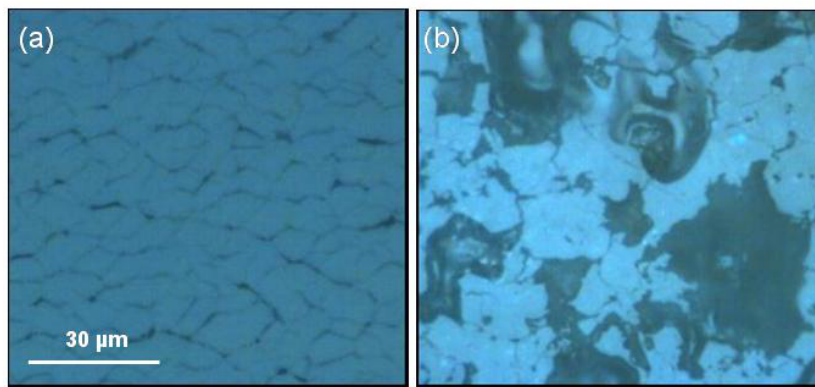


**FIGURA 4.25** (a) Grafica de dureza Vickers en función del número de ciclos para recubrimientos de circona depositada por el método APS sometida a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C (b) Grafica de dureza Vickers en función del numero de ciclos para recubrimientos de circona depositada por el método EB-PVD sometida a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C

#### 4.7. Comparación de microestructuras de la probeta patrón (a T ambiente) de circona depositada por los métodos APS y EB-PVD, vista longitudinal

Ambos tipos de deposición (EB-PVD y APS) son diseñados para mantener un coeficiente de conductividad térmico bajo, incorporando porosidades entre los granos (columnares o tipo “splat”). La deposición por APS es una alternativa más accesible económicamente hablando, ya que las grietas entre los “splats” (las cuales se pueden observar en la probeta a temperatura ambiente (fig 4.26 (b)) forman parte del diseño inicial de este tipo de recubrimiento y contribuyen en conjunto con las porosidades a reducir la conductividad térmica en el material. Algunos autores afirman que no posee la misma resistencia a la deformación, sin embargo protege con igual eficacia al sustrato<sup>[9]</sup>. Las porosidades en el EB-PVD son de forma alargada en la dirección de las columnas y en el APS son de mayor tamaño y se encuentran entre los “splats”.





**FIGURA 4.26** Fotomicrografías de corte longitudinal del recubrimiento de circonita a temperatura ambiente depositada por el método EB-PVD (a) y APS (b) (50x)

En la figura 4.26 se puede observar la diferencia de microestructura longitudinal de ambos tipos de deposición en probetas a temperatura ambiente. Se detalla que el tamaño de las columnas es mas pequeño en comparación con el tamaño medio de los “splats”; en el anexo 8.4 se muestra un estudio de tamaño de grano que confirma esta observación, y que revela que el área media de una columna mide alrededor de  $21\mu\text{m}^2$  mientras que el área media de un “splat” es de  $127\mu\text{m}^2$ . También observa que el tamaño de las porosidades presentes entre los granos es de menor tamaño para el EB-PVD que en el caso del APS.

En las probetas recubiertas por el método EB-PVD se utilizó una carga de 1Kg para medir la dureza superficial Vickers, sin embargo para el caso del APS fue necesario aumentar la carga a 20 Kg para poder diferenciar las indentaciones de las porosidades y para medir un comportamiento promedio de la probetas. Por esto, lo que los errores experimentales suelen ser mayores al medir dureza en este tipo de recubrimientos. Exitosamente se puede comprobar la similitud de las durezas en ambos tipos de recubrimiento para las probetas a temperatura ambiente y las sometidas a 1 ciclo de fatiga térmica (ver fig 4.24), lo que indica que inicialmente presentan las mismas propiedades superficiales de dureza, pero al aumentar la temperatura hasta  $1200^\circ\text{C}$  con 500 ciclos se puede detallar que el HV del recubrimiento por EB-PVD disminuye sustancialmente debido a las grietas generadas en este caso y al fenómeno de delaminación del TBC ocurrido y explicado anteriormente. Sin embargo, lo importante de este tipo de recubrimiento es que es capaz de mantener a la aleación protegida a pesar de sufrir cambios tan fuertes de temperatura.

El objetivo en ambas deposiciones es reducir la temperatura en la superficie del material, manteniendo una conductividad térmica baja, con la baja conductividad intrínseca de





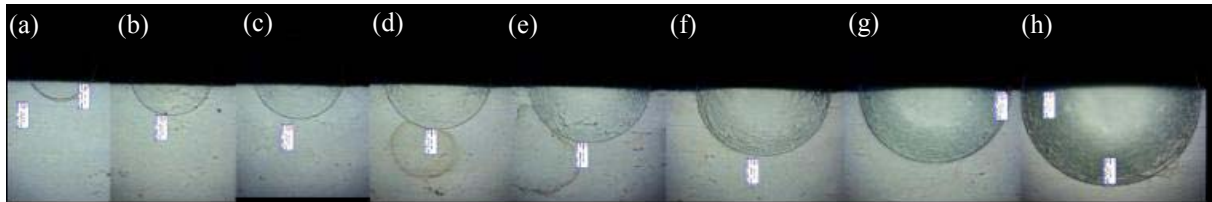
la circona y con la porosidad presente en la capa, la que permite una buena disipación del calor y es importante mantener sobre estos factores agresivos de fatiga térmica.

### **Tercera Parte: Ensayos de Fatiga por Contacto**

#### **4.8. Evaluación microestructural de las probetas después de someterlas a ensayos de indentación esférica con diferentes cargas**

Un tema importante en los materiales cerámicos es su resistencia al daño por contacto. Al aplicar una carga que alcance el valor crítico sufren un daño irreversible y fundamental en su tiempo de vida útil. Este estudio es importante en los TBC ya que simula el comportamiento de las partículas erosivas de polvo o de arena que impactan constantemente con los sistemas de álabes de turbina durante su operación. Además es una manera muy novedosa de obtener información fundamental sobre el tiempo de vida del sistema.

##### **4.8.1. Indentaciones con diferentes cargas en probeta de EB-PVD a temperatura ambiente utilizando un indentador de diámetro 2,5mm:**



**FIGURA 4.27** Huellas con indentación Hertziana de 2,5mm de diámetro en corte longitudinal de probeta con recubrimiento depositado por EBPVD a diferentes presiones de contacto: (a) 98N (b)147N (c)196N (d)294N (e)392N (f)490N (g)612,5N (h)980N.

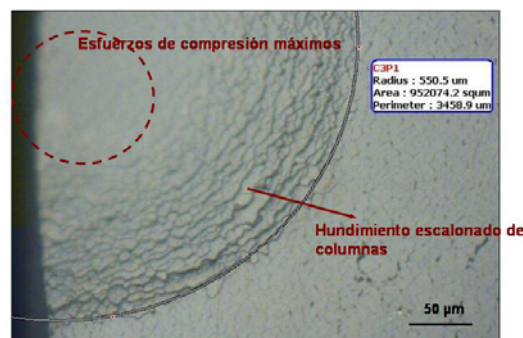
La figura 4.27 muestra la vista frontal de la mitad de las huellas residuales debidas a indentaciones esféricas utilizando un indentador de 1.25 mm de radio de curvatura en una probeta a temperatura ambiente con recubrimiento de EBPVD. Las huellas son realizadas a cargas crecientes que van desde 98 a 980 N. En la figura se puede observar que a medida que la carga es mayor, el diámetro de la huella residual aumenta. Cuando un indentador esférico es presionado contra la superficie de un material, la deformación elástica toma lugar inicialmente a muy bajas cargas. Al aumentar las presiones de indentación el material



presenta un comportamiento elasto-plástico. Se puede estipular entonces que a medida que aumenta la carga aplicada, aumenta la tensión dentro del material (ver anexo 8.5).

La naturaleza de este comportamiento se manifiesta como una huella residual superficial por encima de una carga crítica. Para entender la naturaleza de esta deformación es necesario realizar un análisis microestructural de las secciones sub-superficiales en la probeta ya que el máximo esfuerzo de corte está localizado justo por debajo de la superficie de contacto.

En las probetas EB-PVD las columnas poseen un enlace débil entre ellas y al sentir una presión de indentación se rompe este enlace fácilmente generando un deslizamiento de las columnas en sentido colineal a la dirección de indentación. Este suceso se puede observar más claramente en la figura 4.28 donde se muestra el hundimiento escalonado de las columnas siguiendo la forma del indentador.



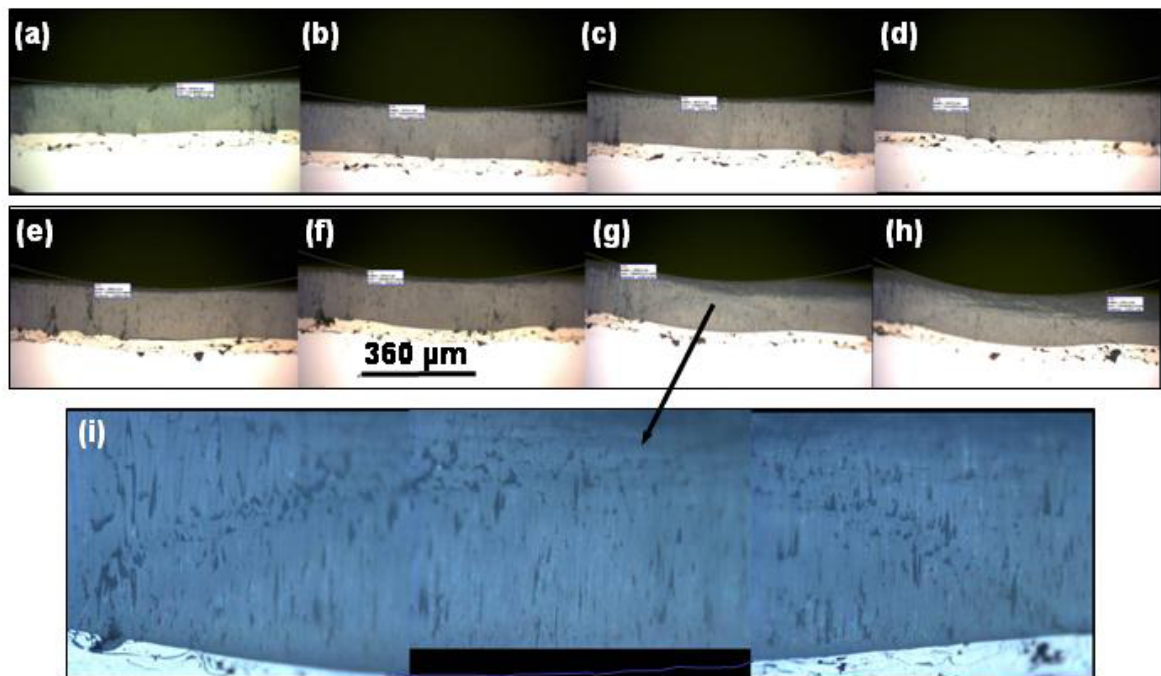
**FIGURA 4.28** Vista ampliada de  $\frac{1}{4}$  de huella de indentación esférica a 490Nw donde se puede observar más detalladamente el hundimiento de las columnas EBPVD respetando la forma circular del indentador.

Como estas columnas son muy rígidas (debido a la alta rigidez de la circonita), ellas permiten propagar las tensiones a las capas inferiores, conservando casi el mismo perfil de indentación, como se observa en la figura 4.29 (a-f). Según este patrón de comportamiento, se infiere que la respuesta de la capa de cerámica parece ser completamente elástica y que la deformación plástica está localizada en las capas inferiores, sin embargo, a medida que las columnas del TBC penetran más en el material, la presión entre ellas crece. Este proceso causa que el espacio contenido entre cada columna disminuya aumentando así aún más la presión del sistema. Por lo tanto, existe una fricción intercolumnar que hace que la penetración sea sensible a la carga. Se observa en esta figura que existe una carga límite en donde las columnas no resisten la alta presión y fallan en la dirección crítica de cizalla formándose las bandas de cizalladura. Un ejemplo de este tipo de falla se observa más



claramente en la figura 4.29(i) que corresponde a la falla generada cuando se aplica una fuerza de 612,5 N.

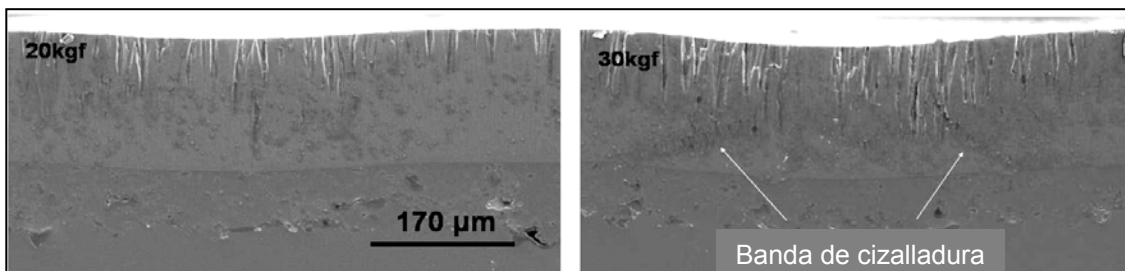
También se observa que esta banda de cizalladura se caracteriza por una línea donde dos segmentos de columnas se han roto y se han inclinado. La inclinación de estas columnas permite reacomodar la deformación plástica en la capa debida a la penetración del indentador en el material en una forma esférica similar a la forma de la huella residual de indentación. Para ello, se puede observar en la figura 4.29 que todos los segmentos rotos de columnas no tienen la misma longitud. Esta longitud disminuye al aumentar la distancia existente entre la banda y el eje de indentación.



**FIGURA 4.29** 1.-Arco de la huella con indentador de 2,5mm de diámetro en corte transversal de probeta con recubrimiento depositado por EBPVD a diferentes presiones de contacto: (a) 98N (b)147N (c)196N (d)294N (e)392N (f)490N (g)612,5N (h)980N. 2.- (i) Vista ampliada de la banda de cizalladura que aparece a 612,5N y es característica en este tipo de indentación. Se puede observar el mismo tipo de falla para la presión mayor de 980N.

Los ensayos de indentación simple aplicando cargas progresivas con un mismo diámetro de indentador se realizan para dos razones fundamentales. La primera es con el fin de poder calcular las propiedades de elasticidad de este tipo de TBC por medio de una técnica novedosa que permite hallar el módulo de Young a partir de una indentación esférica; esta técnica se explicará mas adelante con más detalle. La segunda es con la finalidad de encontrar la carga mínima a la cual aparece la primera banda de cizalladura dependiendo del diámetro de indentación.





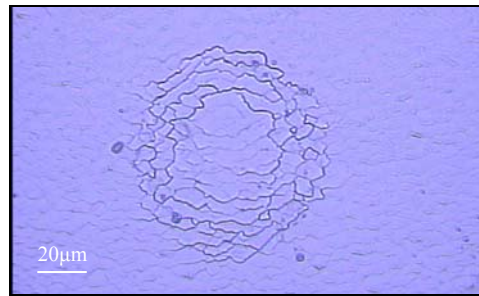
**FIGURA 4.30** Comparación en las cargas de indentación para una microestructura transversal de recubrimiento por EB-PVD vista por Microscopía Electrónica de Barrido indentadas con indentador de 2,5mm de diámetro a una carga de (a)196 N (en la que todavía no aparece una banda de cizalladura) y (b)294 N (donde se observa la primera aparición de una banda de cizalladura).

Por microscopía óptica se puede observar una primera banda de cizalladura cuando la probeta se somete a 612.5 N lo que corresponde a 62.5 Kg, pero por microscopía electrónica de barrido se evidencia que la primera aparición de la banda de cizalladura ocurre al indentar la probeta con una carga de 30Kg. En la figura 4.30 se muestra que a una carga de 20 Kg aún no se genera este tipo de falla ya que no se producen suficientes esfuerzos en la probeta. Esta carga se asume entonces como la carga máxima que puede soportar la barrera térmica sin presentar fallas en su microestructura cuando es endentada con un indentador de 2,5mm de diámetro.

Considerando que la capa se comporta como un sólido elástico antes de que aparezca la nucleación de banda de cizalladura, la tensión máxima se concentra en un punto crítico (apéndice 4) que puede originar la cizalla de una sola columna en la dirección preferencial de corte máxima. Esta tensión crítica puede propagarse con un ángulo preferencial  $\alpha$  hacia las columnas cercanas que se deslizan ligeramente una sobre otra, donde el efecto cooperativo de todas ellas simula una banda de cizalladura.

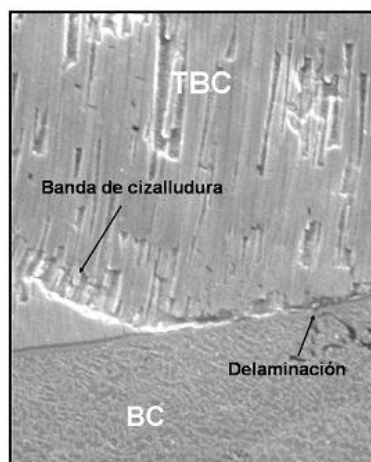
Entonces, cuando la carga aplicada es pequeña se puede observar que las columnas permanecen separadas unas de otras y lo único que se puede evidenciar son pequeñas grietas alrededor del área indentada debido a los esfuerzos de tensión formados por el deslizamiento longitudinal entre las columnas. En este caso, la respuesta de la capa es casi totalmente elástica con respecto a la presión aplicada; esto se puede observar en la figura 4.31. Con cargas intermedias, existen concentraciones de esfuerzos internos porque las columnas centrales se hunden completamente. Estos esfuerzos, pueden actuar como punto de partida para la iniciación de grietas si se aplican mayores presiones de indentación.





**FIGURA 4.31** Huella residual a partir de una indentación a 20Nw con un indentador de 0.5mm.

Para el caso en que la carga de indentación es grande, se observa que se forman bandas de cizalladura alrededor del perímetro de la zona plástica a partir de una carga crítica; estas bandas intersectan el TGO y de esta manera se inicia el proceso de delaminación formándose conjuntamente grietas en dirección radial al área circular de concentración de esfuerzos y paralelas a la superficie. Este proceso de delaminación se puede observar claramente en la figura 4.32.



**FIGURA 4.32** Observación de un fenómeno de delaminación que se genera a partir de la intersección de la banda de cizalladura con el TGO.

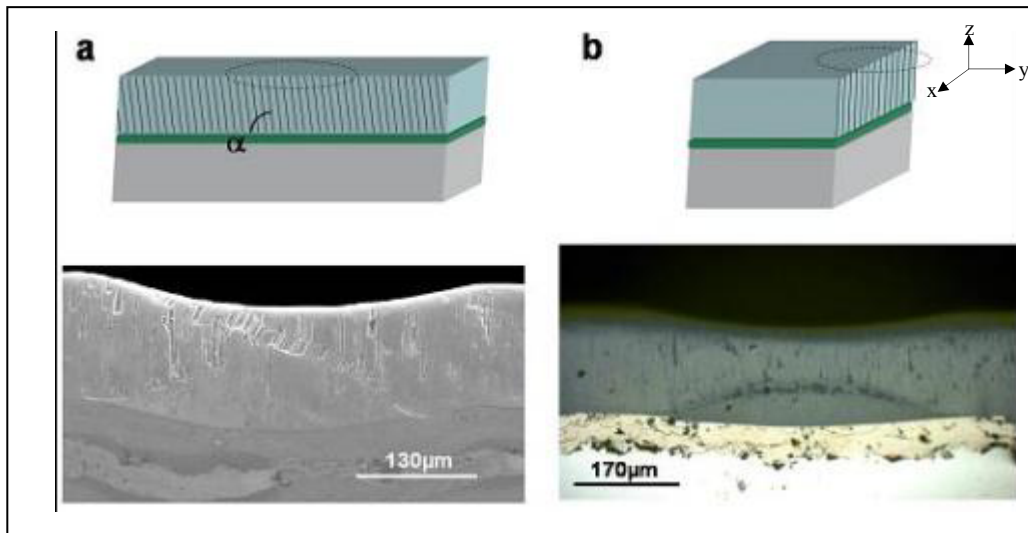
Por ello, la aparición de esta banda también puede ocurrir por efecto de una delaminación en la interfaz TBC/BC, en donde se produce y se propaga una grieta por efecto del esfuerzo de compresión aplicado.

Con respecto a la forma en que se observa la banda de cizalladura, se debe tomar en cuenta que estas bandas producidas a partir de indentaciones esféricas tienen una forma de cono truncado<sup>[42]</sup>. Al cortar transversalmente la probeta la banda se va a observar como una



semi-circunferencia convexa al área de la indentación debido a los esfuerzos radiales que propagan este tipo de fallas.

Sin embargo, como las columnas no están perfectamente perpendiculares a la superficie, la banda de cizalladura se va a propagar de manera inclinada y se va a observar como si fueran dos bandas diferentes. Esta inclinación de las columnas es inherente a la deposición por EB-PVD. En efecto cuando se realizan dos cortes transversales perpendiculares a la superficie de las probetas en los planos xz ó yz según el eje de coordenadas, se observa en la figura 4.33 que la banda de cizalladura no tiene el mismo aspecto.



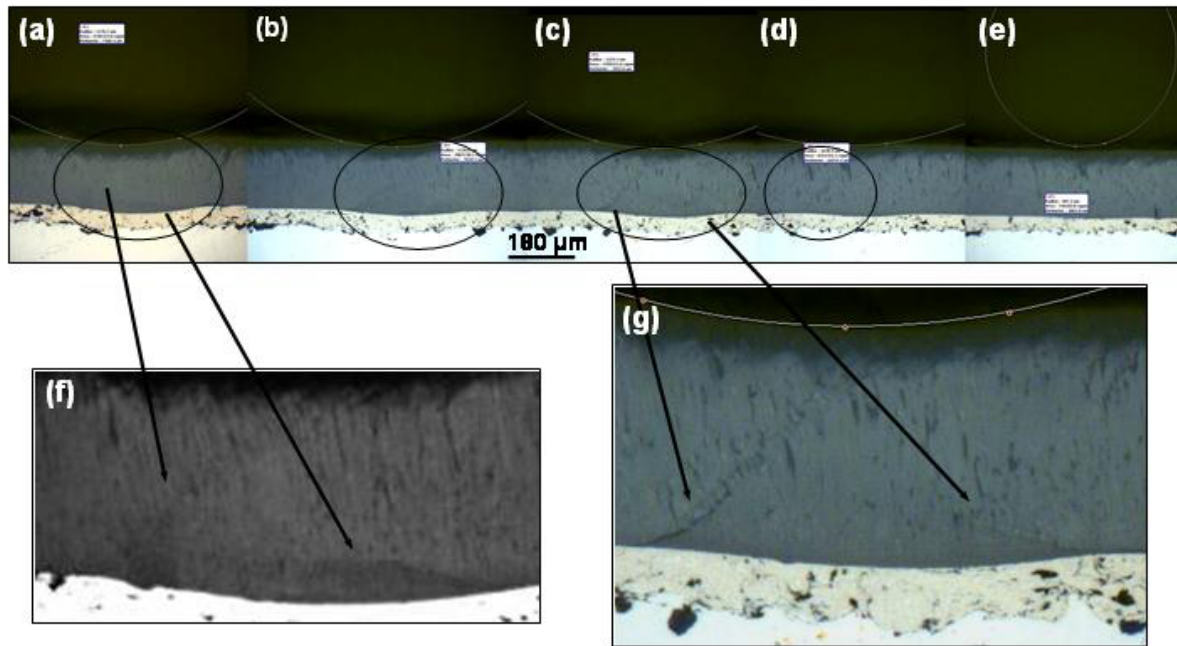
**FIGURA 4.33** Forma planar de la banda de cizalladura de acuerdo al corte transversal de las probetas (a)Corte en el plano yz donde las columnas tienen una inclinación  $\alpha$  con respecto a la superficie. (b)Corte en el plano xz donde las columnas se pueden observar perpendiculares a la superficie en este plano. Para el primer caso la banda de cizalladura se observa en forma cónica inclinada y para el segundo caso se observa en forma de semicircunferencia.

#### **4.8.2. Indentaciones con diferentes cargas en probeta de EB-PVD a temperatura ambiente utilizando un indentador de diámetro 1mm:**

En la figura 4.34 se observa que las fallas en los recubrimientos aparecen con menores cargas de indentación utilizando un indentador de menor diámetro. En este caso, por microscopía óptica se detalla una banda de cizalladura para una carga de 294N. Así mismo, se evidencia que el comportamiento elasto-plástico que consta del hundimiento de las columnas al sentir una fuerza de perpendicular a la superficie es el mismo que para el caso de un indentador de mayor área superficial.

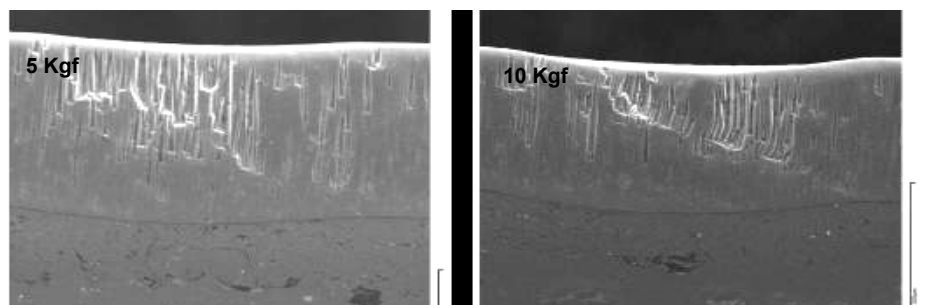






**FIGURA 4.34** 1.-Radio residual con indentador de 1mm de diámetro en corte transversal de probeta con recubrimiento depositado por EBPVD a diferentes presiones de contacto: (a) 98Nw (b)147Nw (c)196Nw (d)294Nw (e)306,25Nw. 2.- (f), (g) Vista ampliada de bandas de cizalladura que aparecen en las zonas marcadas y son características en este tipo de indentación.

Por medio de la microscopía electrónica de barrido se puede determinar de forma precisa la carga crítica a la que nuclea la primera banda de cizalladura para un indentador de 1mm de diámetro. Esto se puede observar en la figura 4.35 donde se detalla la banda de cizalladura para una carga de 10Kg que equivale a 98 N, en contraste con una carga aplicada de 5Kg (49Nw).



**FIGURA 4.35** Comparación en las cargas de indentación para una microestructura transversal de recubrimiento por EB-PVD vista por Microscopia Electrónica de Barrido indentadas con indentador de 1mm de diámetro a una carga de (a)49Nw (en la que todavía no aparece una banda de cizalladura) y (b)98Nw (donde se observa la primera aparición de una banda de cizalladura).

De acuerdo a este comportamiento de una aparición más inmediata de las bandas de cizalladura, se puede suponer que su nucleación también depende del tamaño del indentador. Se puede demostrar entonces que los mecanismos de aparición de fallas en los recubrimientos

por EB-PVD dependen tanto de la carga aplicada como del tamaño de la indentación, ya que al aplicarse la misma carga con un diámetro de indentador menor, la concentración de esfuerzos dentro del material va a ser mayor. Este hecho se puede explicar por medio de la ecuación 1 descrita en el apéndice II que muestra que el esfuerzo es directamente proporcional a la carga aplicada e inversamente proporcional al área de contacto.

#### 4.8.3. Indentaciones con diferentes cargas en probeta de EB-PVD a temperatura ambiente utilizando indentadores de diámetros variables:

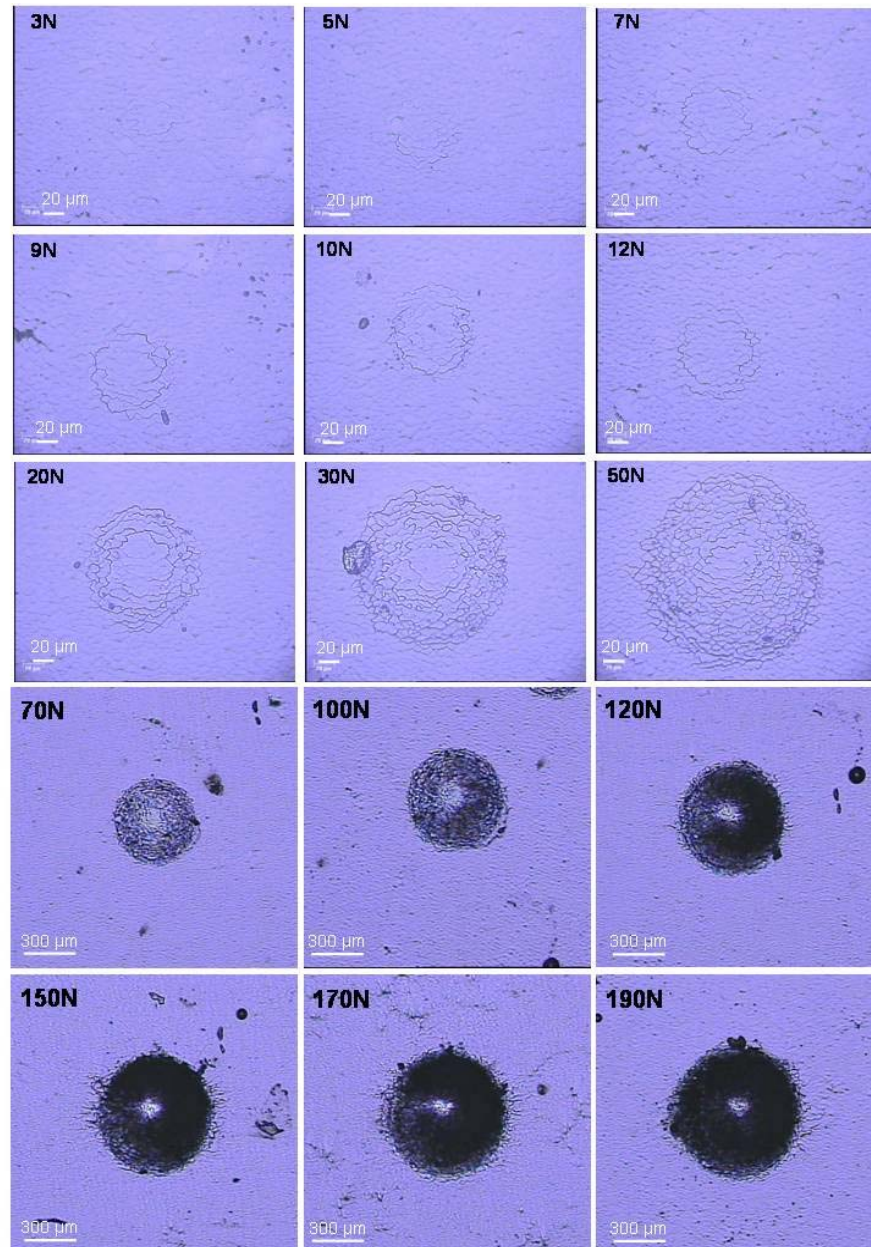
Se puede determinar el rango de valores de cargas críticas de aparición de la banda de cizalladura, correspondiente para cada diámetro de indentación. Para obtener estos resultados se hicieron pruebas con indentadores de 1mm; 1,5mm y 2,5mm de diámetro. Estos rangos críticos se muestran en la tabla 4.1. Efectivamente, en esta tabla se puede observar que los valores de la carga crítica aumentan a medida que aumenta el radio del indentador, sin embargo, los valores de esfuerzo correspondientes (calculados con la ecuación 4.1) a cada carga crítica son casi iguales en cada caso y se encuentran entre 1.9 y 2.3 GPa. Por lo tanto, es posible concluir que el esfuerzo en el material es el parámetro fundamental para la determinación de la nucleación de la banda de cizalladura, la cual va a aparecer siempre que el material se encuentre sometido a un esfuerzo que se encuentre comprendido entre estos valores críticos. Este esfuerzo depende completamente de la fuerza y del diámetro de indentación utilizado.

**TABLA 4.1** Rango de esfuerzo crítico de nucleación de las bandas de cizalladura, correspondiente a las cargas límite donde aparecen este tipo de fallas en función del radio de indentador esférico.

Radius of the Indenter $R_i$	Apparition load range	Corresponding Stress
0.5mm	5-10kgf	2 - 2.3GPa
0.75mm	10-15kgf	2 - 2.2GPa
1.25mm	20-30kgf	1.9 - 2.1GPa
2.5mm	/	/







**FIGURA 4.36** Microestructura de las huellas residuales obtenidas a partir de un ensayo de indentación esférica con un indentador de 1mm de diámetro y aplicando cargas que van desde 3N a 190N.

Se realizaron ensayos de indentación a cargas distintas que varían entre 3 y 2000N las que se aplicaron utilizando 4 tamaños de indentadores diferentes (0.5, 0.75, 1.25 y 2.5 mm de radio). A partir de estos ensayos, la figura 4.36 presenta las micrografías ópticas de las huellas obtenidas con el indentador de 0.5 mm de radio por cargas entre 3 y 190N, se puede observar en estas micrográficas el tamaño de la huella residual aumenta con respecto a la carga aplicada.

A partir de estas huellas residuales, se calcularon los valores de deformación  $\varepsilon$  y de tensión  $P_m$  según las siguientes formulas (ver apéndice II):

$$P_m = \frac{F}{\pi a_c^2} \quad \text{Ecuación 1}$$

$$\varepsilon = \frac{a_c}{R_i} \quad \text{Ecuación 2}$$

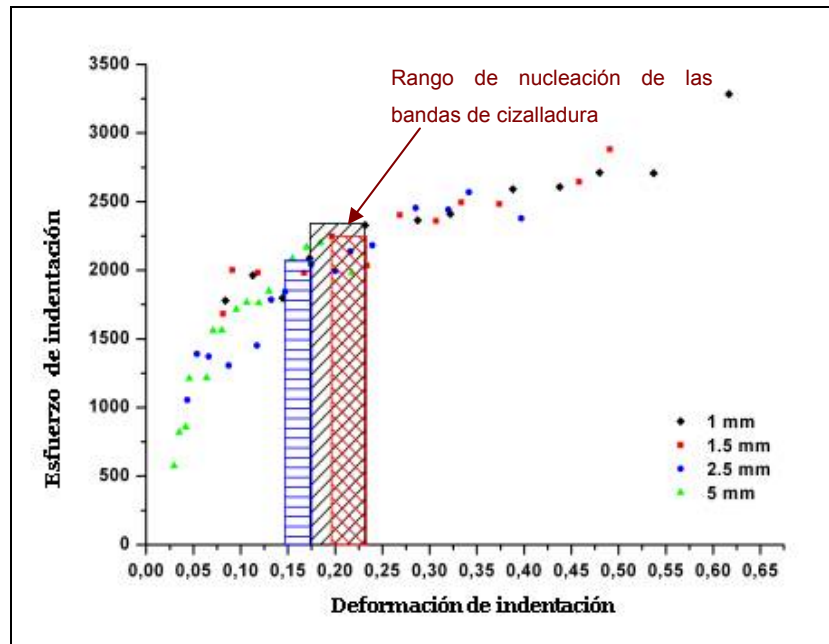
En donde F corresponde a los valores de la carga,  $a_c$  es el radio residual de curvatura y  $R_i$  es el radio del indentador utilizado.

Aplicando estos valores, se obtiene la curva tensión-deformación del material (Fig. 4.37), donde se puede observar que se compone de dos fases: la primera corresponde a la fase elástica en donde las columnas se hunden y propagan paralelamente los esfuerzos normales de compresión hacia el “bond coat” y el sustrato de inconel y la segunda corresponde a la fase elasto-plástica que comienza a partir de la formación de la banda de cizalladura. Los valores de deformación para la fase elástica se dan a partir de los esfuerzos axiales de compresión de las columnas que se explicó anteriormente. Esta porción de curva es muy sensible a la fuerza de fricción que existe entre cada columna. Después de que aparece la banda de cizalladura se observa que la tangente de la curva disminuye ya que los esfuerzos de compresión generados en el material son propagados en la dirección preferencial de cizalla.

De acuerdo a este patrón de comportamiento obtenido, donde existe una total dependencia de los esfuerzos de compresión aplicada con respecto a la transición elástica a elasto-plástica es posible obtener una curva esfuerzo-deformación que correlacione el esfuerzo de tensión axial de compresión por indentación y la deformación de las columnas con respecto a este esfuerzo. Esta curva se puede observar en la figura 4.36.

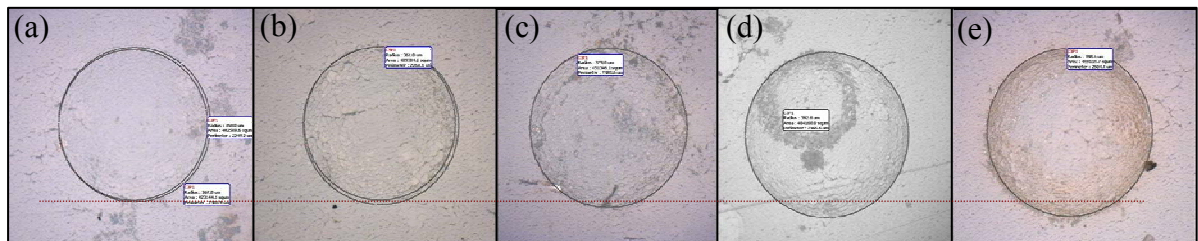
En la figura se muestra el rango de tensiones de indentación y deformación de indentación en donde aparece la banda de cizalladura para los diferentes diámetros de indentadores. Se observa que en este rango ocurre la transición del comportamiento netamente elástico al comportamiento elasto-plástico. Se demuestra entonces, que la nucleación de la banda ocurre a partir de una concentración puntual de esfuerzos de corte máximos.





**FIGURA 4.37** Curva tensión-deformación de compresión de las TBC depositadas por EB-PVD donde se observa el rango de nucleación de la banda de cizalladura

#### 4.9. Ensayos de Fatiga por contacto para probetas EB-PVD a temperatura ambiente y tratadas térmicamente a diferentes ciclos utilizando una carga constante:



**FIGURA 4.38** Huellas residuales observadas en superficie longitudinal de probeta con recubrimiento EBPVD realizadas a diferentes ciclos de fatiga por contacto con indentador de 2,5mm, todas utilizando una presión de contacto de 200Nw: (a) 1ciclo (b) 100ciclos (c) 10.000ciclos (d) 100.000 ciclos (e) 1.000.000 ciclos

En la figura 4.38 se puede detallar que en este caso, a medida que aumenta el número de ciclos de fatiga por contacto, aumenta el diámetro de la huella residual. Como consecuencia, disminuye el esfuerzo generado en el material a medida que aumenta el área de contacto (ver anexo 8.6).

En este ensayo, se realizaron indentaciones cíclicas aplicando la misma carga en recubrimientos por EB-PVD. Este consiste en aplicar una fuerza sinusoidal de una amplitud  $A$  y una frecuencia  $F$ . Para este caso concreto, se aplicó una fuerza de 110 N con una amplitud

de 90 N y una frecuencia de 10Hz, utilizando un indentador de diámetro igual a 2.5mm. De acuerdo a esto, la fuerza máxima aplicada en el indentador es de 200N.

Como se mostró anteriormente, una carga de 200N aplicada con un indentador de 2,5mm de diámetro es la carga máxima que resiste el material antes de la nucleación de la banda de cizalladura que corresponde a un comportamiento netamente elástico. Se comprobó que para una indentación simple con este diámetro, la banda nuclea a cargas más altas. Sin embargo, cuando se aplica una carga cíclica como ocurre en los ensayos de fatiga por contacto, la banda aparece a menores valores de carga, como se muestra en la tabla 4.2. Este comportamiento se puede aplicar para las probetas a las que se le aplicaron los ensayos de fatiga térmica. En este caso se compara la situación más drástica de fatiga térmica (1000°C y 1000 ciclos térmicos) con la probeta a temperatura ambiente y se obtiene el siguiente resultado (ver tabla 4.2):

**TABLA 4.2** Aparición de la banda de cizalladura en probetas de EB-PVD con y sin tratamiento térmico sometidas a un ensayo de fatiga por contacto hasta 1.000.000 de ciclos.

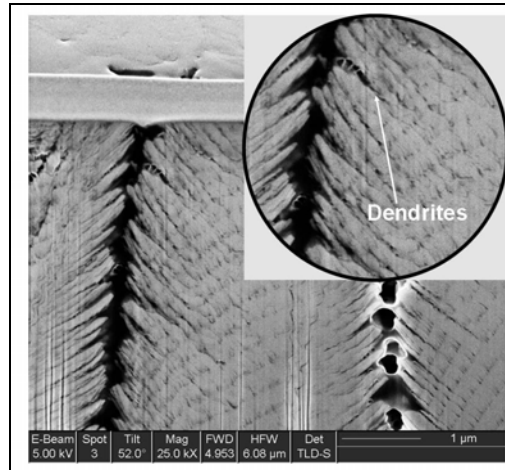
RoomT	Number of cycles	After heat treatment
/	1	/
/	$10^3$	/
/	$10^4$	/
/	$10^5$	SB
SB	$10^6$	SB

En esta tabla se puede observar que en ensayos de fatiga por contacto, la banda de cizalladura (“*Shear Band*” (SB)) nuclea después de varios ciclos debido a que se alcanza un esfuerzo crítico. A pesar que se aplicaron indentaciones con una carga más baja de la necesaria para originar una falla de cizalla, se muestra que la carga máxima que pueden soportar estas barreras térmicas se ve disminuida con las indentaciones repetidas. Por ello, se puede comprobar la influencia de la fatiga por contacto sobre la nucleación de la banda de cizalladura.

Efectivamente, la fatiga por contacto, es conocida por su efecto de influir sobre la nucleación y propagación de grietas. En el caso de las capas EB-PVD, este efecto se puede influir sobre la nucleación de grietas en las dendritas presentes en los bordes de columnas (ver Fig. 4.39) y también puede ocurrir la delaminación en la interfaz TGO/TBC. De acuerdo a



esto, la fatiga por contacto puede influir sobre la nucleación de banda de cizalladura según un primer mecanismo (cuando una grieta que se propaga a través de una columna es un mecanismo que puede iniciar la ruptura de una columna) o según un segundo mecanismo (propagación de la delaminación en la TBC en los extremos del defecto).



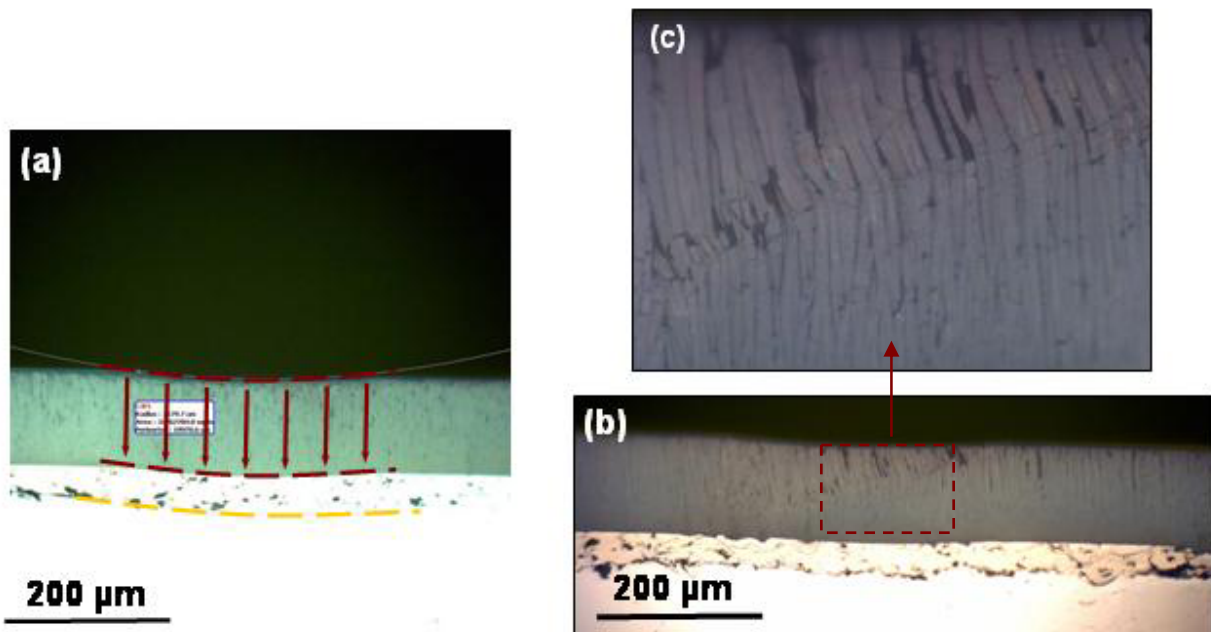
**FIGURA 4.39** Microestructura intergranular en forma “dendrítica” de los recubrimientos por EB-PVD

Como se mencionó en la tabla 4.2, la banda de cizalladura se nuclea más fácilmente en las probetas tratadas térmicamente ya que al aumentar la temperatura, las dendritas tienen una tendencia a desaparecer por efecto de difusión de porosidades (ver parte precedente), esto sugiere que la banda de cizalladura se nuclea según una propagación de la delaminación de la capa de cerámica a la interfaz.

También en la tabla se evidencia que en el material sometido a fatiga térmica la banda nuclea primero. En la probeta tratada térmicamente la falla ocurre a  $10^5$  ciclos y en la no tratada nuclea al alcanzar  $10^6$  ciclos de contacto. Esto se debe a que la probeta tratada térmicamente es más frágil debido al efecto de sinterización en las columnas explicado anteriormente, y por lo tanto soporta esfuerzos de compresión menores a la probeta que se encuentra a temperatura ambiente. Esto pone en evidencia la influencia de los tratamientos térmicos en los ensayos por contacto. Se muestra en la figura 4.40 la huella residual de las dos probetas (la que se encuentra a temperatura ambiente y la utilizada para un tratamiento de fatiga térmica  $1000^\circ\text{C}$  y 1000 ciclos) después de someterlas al tratamiento de fatiga por contacto hasta 100.000 ciclos de contacto. Se evidencia que la banda de cizalladura aparece en la probeta tratada térmicamente y no en la que se encuentra a temperatura ambiente.







**FIGURA 4.40** 1.-Ejemplo de radio residual en corte transversal de probeta de EBPVD para un ensayo de fatiga por contacto por 100.000 ciclos utilizando un indentador de 2,5mm de diámetro, en probeta (a) a temperatura ambiente y (b) tratada térmicamente a 1000°C y 1000ciclos.

La aparición de esta banda, depende directamente del número de ciclos de contacto utilizados, además de la carga aplicada o del diámetro del indentador. Efectivamente esto se muestra en la figura 4.40, donde se observa que en los ensayos de fatiga por contacto, los recubrimientos por EB-PVD se comportan de la misma manera que en indentación simple.

En esta figura se presenta la microestructura columnar de la capa en la cual las columnas se pueden mover una con respecto a la otra mientras los ciclos de deformación son aplicados al componente<sup>[18]</sup>. En la parte(a) se ilustra el movimiento de compresión de las columnas sobre el sustrato. Se puede notar que se hunden perpendicularmente al eje de acción de la indentación deslizándose una de otra y propagando casi idénticamente el perfil de indentación. El "bond coat" por su parte, actúa de plásticamente absorbiendo una parte de este esfuerzo y propagando otra parte hacia el sustrato. En la parte (c) se detalla de una mejor manera que efectivamente los tramos de las columnas cizalladas cambian de tamaño a lo largo de la banda de cizalladura, observándose que los tramos más largos se encuentran en la parte central de la banda.

Se explicó anteriormente que los tratamientos térmicos fragilizan la TBC y que existe un crecimiento de la TGO, hecho que también podría explicar el fenómeno de nucleación de la banda de cizalladura a partir del mecanismo 2, después de los tratamientos térmicos. Se debe



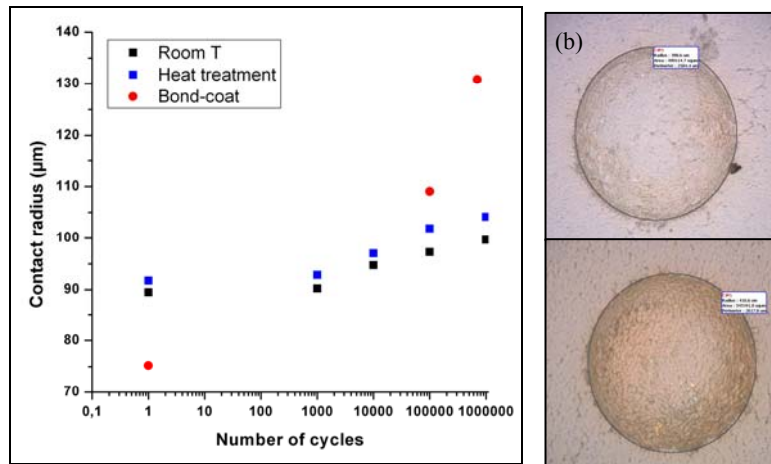
tomar en cuenta que estas son hipótesis en cuanto a los mecanismos de aparición de las bandas en ensayos de fatiga por contacto, estudio que está actualmente en proceso de investigación.

Con respecto a la deformación, se realizó un gráfico que relaciona el radio de la huella residual obtenida a partir de los ensayos de fatiga con respecto al número de ciclos aplicados. Para ello, se emplearon tres probetas diferentes de sistemas EB-PVD: Una probeta a temperatura ambiente, otra después de un tratamiento térmico de 1000 ciclos a 1000°C de temperatura, y finalmente una probeta sin recubrimiento compuesta únicamente por el sustrato de Inconel y el "bond coat".

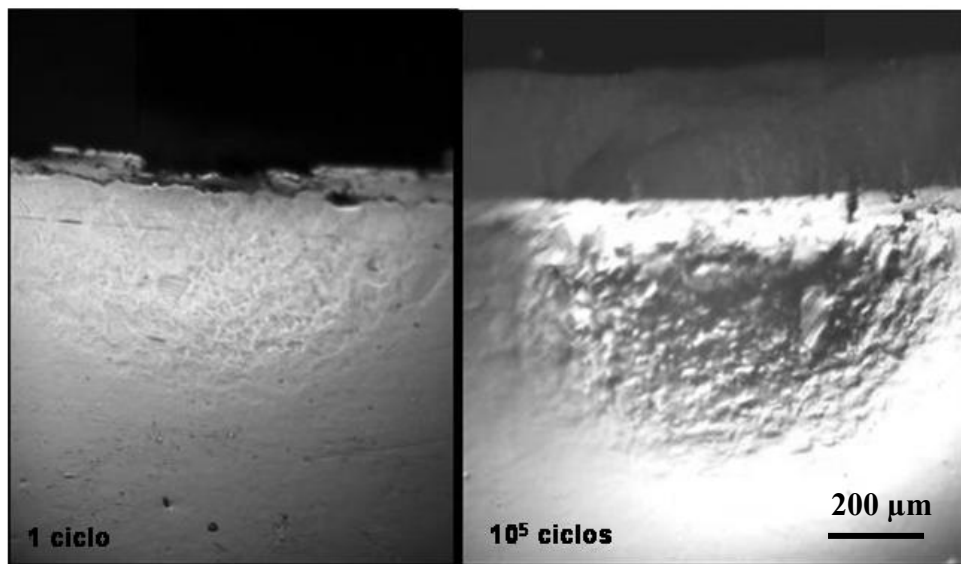
Se puede observar en la figura 4.41 que el tamaño de la huella aumenta con el número de ciclos para todas las probetas. Como la banda de cizalladura no se nuclea antes de  $10^6$  ciclos en el caso de la capa EB-PVD a  $T_{amb}$ , este efecto es debido a un efecto de fatiga del bond coat y del Inconel. Este fenómeno se ilustra en la figura 4.42 donde la zona plástica generada en el Inconel se observa después de  $1$  y  $10^5$  ciclos.

En esta curva se muestra la evolución del radio residual a medida que aumenta el número de ciclos. Se observa que para la probeta tratada térmicamente, la huella presenta mayor tamaño que para la que no se sometió a ningún tratamiento (ver Fig 4.41(b)), así mismo, se detalla que a medida que aumenta el número de ciclos, el radio residual en la probeta tratada aumenta aún mas. Este fenómeno ocurre por efecto del hundimiento de las columnas sobre el "bond coat" y el Inconel, las cuales, mientras mayor sea su fragilidad, más esfuerzo normal de compresión se va a propagar y por lo tanto las subcapas se van a deformar más. Esto pone de evidencia la influencia de la fatiga por contacto con respecto a la deformación del material.





**FIGURA 4.41** (a) Curva del radio de indentación con respecto al número de ciclos de contacto para probetas de EB-PVD con y sin tratamiento térmico y probeta sin TBC. (b) Diferencia en el diámetro de la huella residual realizada en las mismas condiciones de indentación entre una probeta a temperatura ambiente y otra que fue sometida a un tratamiento de fatiga térmica a 1000°C y 1000 ciclos.



**FIGURA 4.42** Daños observados en la superaleaciones de Inconel para una probeta recubierta EB-PVD después de 1 ciclo y de 10<sup>5</sup> ciclos de fatiga. Se nota la diferencia entre el tamaño de la zona plástica con el número de ciclos.

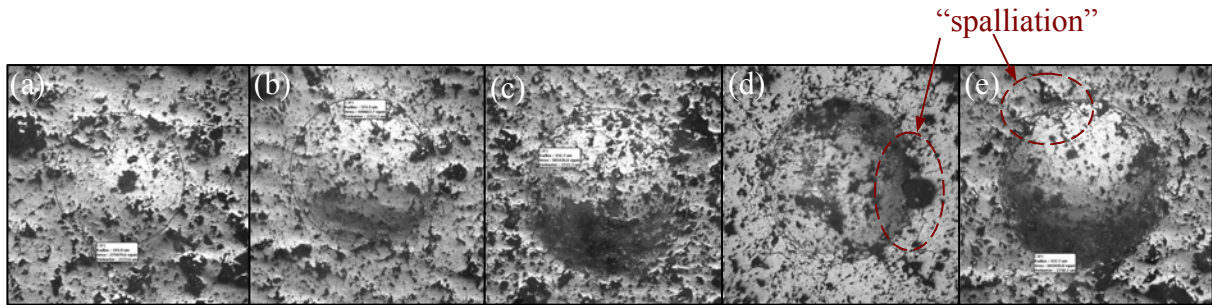
Se detalla que la deformación obtenida en este sistema de recubrimiento depende en gran parte a la deformación del sustrato, ya que a 1 solo ciclo, las aleaciones metálicas (sistema “bond coat” e inconel) casi no se deforman y a muchos ciclos, la probeta se deforma de manera muy extensa. Este hecho, indica el comportamiento netamente plástico de las aleaciones metálicas, que contrasta con el comportamiento de los TBC el cual parece ser predominantemente elástico y su deformación depende únicamente del hundimiento de las columnas debajo del indentador.



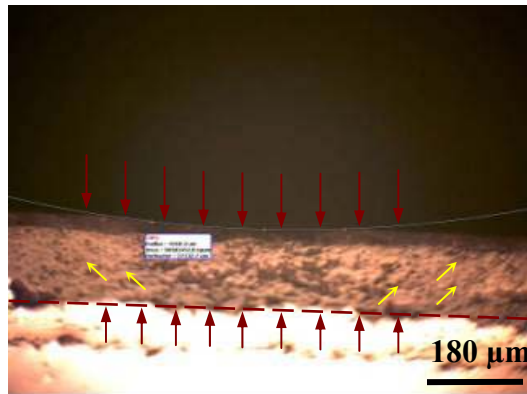


#### 4.10. Probetas de APS:

##### Indentaciones en probeta sin fatiga térmica a diferentes ciclos



**FIGURA 4.43** Huellas observadas en superficie longitudinal de probeta con recubrimiento APS realizadas a diferentes ciclos de fatiga por contacto con indentador de 2,5mm, todas utilizando una presión de contacto de 200N: (a) 1ciclo (b) 100ciclos (c) 10.000ciclos (d) 100.000 ciclos (e) 1.000.000 ciclos.



**FIGURA 4.44** Ejemplo de arco de la huella en corte transversal de probeta con recubrimiento depositado por APS para una carga de 1.000.000 ciclos utilizando un indentador de 2,5mm de diámetro.

Se puede observar en la figura 4.43 las micrografías longitudinales de las huellas de fatiga por contacto en las probetas APS. Se observa que el diámetro de la huella aumenta a medida que aumenta el número de ciclos. Se puede notar también que cuando se alcanzan 10.000 ciclos el diámetro se mantiene prácticamente constante. Inicialmente este aumento se debe a que existe una mayor penetración del indentador y por lo tanto aumenta el área de contacto con la misma carga aplicada, sin embargo, después de aproximadamente  $10^4$  ciclos de contacto la capa aumenta su resistencia a la deformación. Este fenómeno se explicará más adelante con mayor detalle. El daño microscópico consiste en una serie de grietas de deslizamiento, en los planos más débiles dentro de la microestructura, activadas por tensiones de cizalla<sup>[37]</sup>.

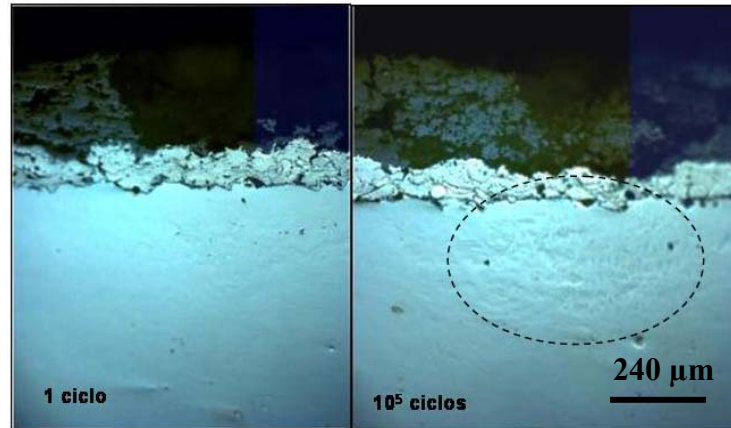
En la figura 4.44 se observa que se genera una abertura de las grietas internas presentes en el material para permitir la penetración del indentador. En este caso, se puede originar la

fisuración y la delaminación a partir de las porosidades de la capa de cerámica. Los recubrimientos APS proporcionan una morfología de splats que puede incorporar hasta un 15% de porosidad en la capa como resultado del proceso de deposición incluyendo las grietas presentes en la cerámica; este resultado tiende a reducir el módulo elástico del recubrimiento y por consiguiente ayuda a reducir las tensiones que puede desarrollar, pero vuelve el recubrimiento más sensible a un eventual daño por impacto de una partícula exterior<sup>[18]</sup>. De esta manera, en la figura 4.43 también se pueden evidenciar las grietas radiales a la superficie de la huella que se desarrollan a medida que aumentan los ciclos de fatiga por contacto. En estos recubrimientos, los esfuerzos continuos sobre la capa de APS generan grietas intersplats normales a la línea de acción del indentador que ocasionan la exfoliación de los “splats”. La zona del daño aumenta proporcionalmente al número de ciclos de fatiga de contacto iniciándose microgrietas secundarias a partir de grietas preexistentes que se propagan dentro de la capa en todas las direcciones a partir del punto inicial.

Para 1.000.000 de ciclos ya se puede observar la exfoliación de parte de la capa TBC donde los splats al borde de la huella van a inclinarse bajo la indentación y en consecuencia por efecto palanca, a desprenderse del plano superficial, así mismo se evidencia en su sección transversal (fig 4.44) la forma de fluencia entre los “splats” en dirección tangencial a la curva de indentación<sup>[43]</sup>, esta dirección de deslizamiento entre “splats” está recreado con las flechas amarillas; que también se pueden aplicar en menor escala para una probeta sometida a 100.000 ciclos la cual presenta el mismo comportamiento de fluencia entre los “splats”. En probetas sometidas a cargas cíclicas menores, ya existen gran cantidad de macrogrietas inter e intrasplats y que se comienza a desarrollar el fenómeno de “spallation” del TBC. Lo más importante de notar en el efecto de la fatiga por contacto sobre la deposición por APS es que en este caso, el perfil de la huella generada en la superficie del material no se propaga hacia la interfaz “bond coat”/sustrato, es decir, los esfuerzos generados por la presión de la indentación se acumulan en su mayoría sobre el TBC y una pequeña parte sobre el “bond coat” y el Inconel. La figura 4.45 ilustra este fenómeno. En particular, la comparación entre el daño generado en el Inconel por las probetas EB-PVD (figura 4.42) y en las APS (figura 4.45), demuestra claramente la diferencia entre el papel de las capas inferiores en las repuesta a la indentación y a la fatiga por contacto. En el caso de la capa APS, los esfuerzos se reacomodan sobre la capa de cerámica por medio de un deslizamiento de los splats en dirección tangencial a la curva de presión generando una apertura en las grietas inter e



intrasplat. Este fenómeno de comportamiento es determinante sobre el tiempo de vida del sustrato de Inconel ya que la aleación prácticamente no sufre ninguna agresión de esfuerzos compresivos. La forma se simula en la figura 4.43(b) donde en la capa superficial se observa el perfil de la huella esférica y en la capa inferior se observa un perfil plano.



**FIGURA 4.45** Daños observados en la superaleaciones de Inconel para una probeta recubierta APS después de 1 ciclo y de  $10^5$  ciclos de fatiga. Se nota la diferencia entre el tamaño de la zona plástica con el número de ciclos.

#### 4.11. Valores del Módulo de Young a partir de indentación esférica para probetas a temperatura ambiente con recubrimiento por EB-PVD y APS.

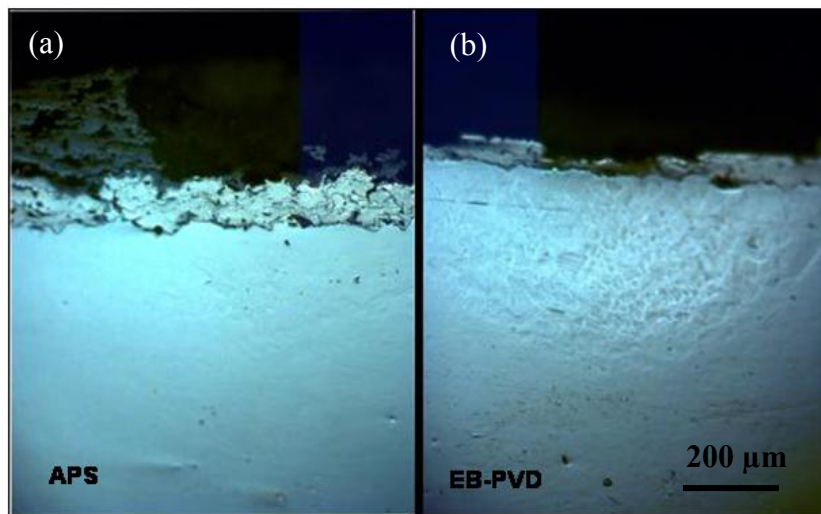
**TABLA 4.3** Módulo de Young para recubrimientos por APS y EB-PVD a temperatura ambiente

Probeta	Módulo de Young (Gpa)
EB-PVD	174,8
APS	89,4

En la tabla 4.3 se muestra el valor de módulo de Young (calculados a partir del perfil de indentación simple como se ha descrito en el anexo 8.7) para las probetas de APS y EB-PVD. Se puede observar que para el primer caso el valor es de 89,4 GPa mientras que para la probeta de EB-PVD es de 174,8 GPa. Al comparar estos resultados con estudios anteriores de módulos de Young para recubrimientos de  $\text{ZrO}_2\text{--}8\text{wt.}\%\text{Y}_2\text{O}_3$  se puede observar que ambos tipos de recubrimiento poseen un módulo elástico de alrededor de 90 GPa y que el valor medido para el caso del APS corresponde casi idénticamente con los valores publicados para este tipo de recubrimiento (ver anexo 8.6), sin embargo, el caso del EB-PVD no corresponde con este valor sino mas bien se observa que su valor del módulo elástico se encuentra comprendido entre un valor de módulo de 220 GPa y 120 GPa que corresponden al Inconel



625 y al “bond coat” de NiCoCrAlY respectivamente (ver anexo 8.8). Este hecho se debe a que en la capa de EB-PVD la deformación es casi completamente elástica transmitiendo todo el esfuerzo aplicado por medio de la indentación hacia el sustrato. Como se señaló anteriormente, en este tipo de deposición las columnas sufren un deslizamiento entre ellas cuando son sometidas a esfuerzos de compresión y se hunden completamente conservando el perfil de la indentación y propagándolo hacia el “bond coat”. De acuerdo a este patrón de comportamiento, el sustrato de Inconel se ve sometido a esfuerzos de compresión muy grandes desde la primera indentación, lo cuales generan daños permanentes en su microestructura, comportamiento que se puede evidenciar claramente en las figuras 4.46 donde se comparan los daños ocasionados en la aleación para ambos tipos de recubrimientos con la indentación simple. Por su parte, la capa tipo APS muestra un comportamiento casi completamente plástico ya que todo el esfuerzo de generado por la indentación es absorbido por la capa. Este tipo de recubrimiento posee una baja tenacidad, debido a la gran cantidad de grietas y porosidades internas que permiten la disipación de esfuerzos residuales a medida que deformaciones residuales sean introducidas, lo cual es fundamental para prolongar su tiempo de vida media. La deformación de la cerámica en realidad se basa en una serie de deslizamientos entre los “splats” y propagaciones de grietas internas que originan fisuraciones en la capa las cuales contribuyen al proceso de delaminación.



**FIGURA 4.46** Daños observados en la superaleación de Inconel para una probeta APS y EB-PVD después de ser sometida a una indentación simple a una carga de 200N.



## V. CONCLUSIONES

Los sistemas TBC constan de un conjunto de tres capas, en este caso Inconel, “bond coat” y recubrimiento de YSZ y se imponen con el objetivo de proteger al sustrato de las altas temperaturas y de factores agresivos de oxidación.

- Se comprueba que las propiedades microestructurales y de dureza en el sustrato de Inconel 625 prácticamente no cambian con el efecto de los tratamientos térmicos, lo que atribuye que este material es apto para este tipo de aplicaciones.

### *Fatiga térmica de los sistemas TBC:*

- El tamaño medio de los “splats” o las columnas correspondientes a las barreras térmicas no cambia con las aplicaciones de ciclos de temperatura, sin embargo, se observa que su dureza superficial disminuye a medida que aumenta la temperatura aplicada en el material debido a un efecto de propagación de grietas.
- En las probetas de EB-PVD, se demuestra que la disminución de dureza en la capa no depende únicamente del aumento de temperatura, sino también depende de los cambios en los ciclos térmicos.
- El TGO crece de manera ondulatoria a medida que aumentan los ciclos de fatiga térmica. Este óxido juega un papel crucial en la vida del recubrimiento ya que por efecto de una concentración de esfuerzos es el responsable de la propagación de grietas durante el proceso de delaminación.
- La microestructura de las columnas presenta forma dendrítica que con varios ciclos de fatiga térmica generan puentes de enlace entre ellos por un efecto de sinterización y aumenta el tamaño de las porosidades en su interior.
- En las probetas recubiertas por EB-PVD, la interfaz “Bond Coat”/TBC se caracteriza por ser plana, aunque también pueden ocurrir ondulaciones en el TGO pero en mucho menor escala. Esto se debe a la microestructura del depósito, en la que por efecto de fatiga térmica, se propagan las grietas de forma intercolumnar o intracolumnar a través de las dendritas.



- El efecto principal de la fatiga térmica sobre los TBC se caracteriza por la formación de grietas que se propagan por el efecto de ciclos térmicos debido a los cambios de los esfuerzos que existen en el TGO, los cuales pueden aparecer cuando se unen las deformaciones generadas por el crecimiento del óxido y las deformaciones causadas por la diferencia en los coeficientes de expansión térmica.
- Se observa que cuando hay muchos ciclos de fatiga presentes, el material puede fallar mediante un fenómeno de delaminación de la capa.

### ***Indentación de los sistemas TBC:***

- Se observa que a medida que se aumenta la carga aplicada, aumenta el tamaño de la huella residual debido a un comportamiento elasto-plástico de los sistemas TBC.
- En las capas EB-PVD, la nucleación de la banda de cizalladura corresponde a la transición entre un comportamiento elástico a un comportamiento elasto-plástico ya que esta falla microestructural es irreversible. La nucleación de la banda de cizalladura depende directamente del esfuerzo inducido en una indentación esférica el cual depende del tamaño del indentador en conjunto con la carga aplicada durante la indentación. En este caso, hay un rango crítico de esfuerzos dentro de los cuales se nuclea la banda.
- La banda de cizalladura puede aparecer como consecuencia de una delaminación inducida por una presión en la superficie de la probeta o por efecto de una concentración de esfuerzos en una sola columna de la capa que se propaga a las demás columnas con un ángulo crítico de cizalladura.
- La deformación de los sistemas APS se caracteriza por la aparición de grietas inter e intra “splat” y deslizamiento entre los splats que confiere un comportamiento elasto-plástico a la capa.
- Se observa una deformación en el sistema EB-PVD debido a un comportamiento elástico de la capa y un comportamiento plástico del sustrato. Esto se debe a que en este tipo



de recubrimiento las columnas al sentir una presión sobre ellas se hunden sobre el sustrato propagando de esta manera casi todo el esfuerzo de compresión hacia éste. En los sistemas con recubrimientos de APS, la deformación por indentación ocurre debido a una deformación elasto-plástica mayormente concentrada en la capa de cerámica con respecto a una respuesta prácticamente elástica en el sustrato de inconel. Debido a esto el módulo de Young calculado a partir de una indentación esférica para un sistema APS es igual al módulo correspondiente a la capa de cerámica (YSZ) y el módulo para un sistema EB-PVD corresponde a un valor que se encuentra entre los valores de modulo elástico de la “bond coat” y del inconel.

### ***Fatiga por contacto de los sistemas TBC:***

- En los sistemas EB-PVD, se observa que las bandas de cizalladura aparecen a menores esfuerzos por efecto de la fatiga por contacto.
- Los tratamientos térmicos fragilizan la capa y esto origina una aparición más temprana (para un menor numero de ciclos) de la banda de cizalladura en comparación cu una probeta a temperatura ambiente. La banda de cizalladura aparece después de  $10^6$  ciclos en la probeta sin tratamiento y después  $10^5$  ciclos para la probeta sometida a fatiga térmica. Esto se debe al efecto de sinterización en conjunto con la ondulación del TGO que ocurre con la fatiga térmica y que genera una alta propagación de grietas dentro de la capa.
- La existencia de porosidades y grietas intrínsecas en las probetas de APS contribuyen a reducir la propagación de esfuerzos hacia el sustrato ya que actúan como puntos de nucleación y propagación de grietas.
- El aumento del número de ciclos que disminuye conjuntamente los valores de esfuerzo dentro del material conlleva a un mecanismo de microagrietamiento de la capa por tensiones normales y de cizalla en la zona hemisférica del contacto.
- En general la respuesta a la fatiga térmica y por contacto de los recubrimientos de APS se caracteriza por el deslizamiento entre los “splats”, creando grietas inter. e intra “splat”, lo que puede generar el fenómeno de “spallation”. En los recubrimientos de EB-PVD, se puede originar el fenómeno de delaminación.



## VI. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] [http://www.ing.unlp.edu.ar/aeron/catedras/materiales\\_aeronauticos.pdf](http://www.ing.unlp.edu.ar/aeron/catedras/materiales_aeronauticos.pdf) pp.1-6.
- [2] SIMS C.; HAGEL W., “*The Superalloys*”. John Wiley & Sons, Estados Unidos, 1972. pp.3
- [3] SIMS C.; STOLOFF N.; HAGEL W., “*Superalloys II*”. John Wiley & Sons, Estados Unidos, 1987.
- [4] Página WEB : <http://www.rolls-royce.com/education/schools/gasturbine/layout.jsp>
- [5] [www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/coatings/index.html](http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/Superalloys/coatings/index.html)
- [6] BRADLEY E., “*Superalloys, a technical guide*”, ASM Internationals Publications, Estados Unidos, 1988.
- [7] DONACHIE M., “*Superalloys, Source Book*”, ASM Internationals Publications, Estados Unidos, 1984.
- [8] CLARKE D.R., LEVI C.G. “Materials design for the next generation thermal barrier coatings” *Annu. Rev. Mater. Res.* (2003) 33:383-417
- [9] A.G. EVANS, D.R. MUMM, J.W. HUTCHINSON, G.H. MEIER, F.S. PETTIT. “Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings”. *Progress in materials science*, 46 (2001) 505-553.
- [10] M. WATANABE, C. MERCER, C.G. LEVI, A.G. EVANS, *Acta Materialia*, 52, 2004, p.1479-1487.
- [11] F.S. Pettit and G. W. Goward, *Coatings for High Temperature Applications*, Applied Science Publishers, 1983
- [12] JANG H.J., PARK D., JUNG Y., JANG J., CHOI S., PAIK U. Mechanical characterization behavior and thermal behavior of HVOF-sprayed bond coat in thermal barrier coatings (TBCs). *Article in Press*, Surface and Coatings Technology (2005)
- [13] NICHOLLS J.R., DEAKIN M.J., RICKERBY D.S. “A comparison between the erosion behaviour of thermal spray and electron beam physical vapour deposition thermal barrier coatings” *Wear* 233-235 (1999) 352-361
- [14] SICMAC, realizado en la universidad de Sheffield, Reino Unido
- [15] OKAZAKI M., YAMANO H. Mechanics and mechanics of early growth of debonding crack in an APSed Ni-base superalloy TBCs under cyclic load. *International Journal of Fatigue* 27 (2005) 1613-1622





- [16] WAKI H., OGURA K., NISHIKAWA I., OHMORI A. Monotonic and cyclic deformation behavior of plasma-sprayed coatings under uni-axial compressive loading. *Material Science and Engineering A* 374 (2004) 129-136
- [17] FLORES RENTERIA A., SARUHAN B. Effect of ageing on microstructure changes in EB-PVD manufactured standard PYSZ top coat of thermal barrier coatings. *Journal of the European Ceramic Society* 2005
- [18] NICHOLLS J.R., DEAKIN M.J., RICKERBY D.S. A comparison between the erosion behaviour of thermal spray and electron beam physical vapour deposition thermal barrier coatings. *Wear* 233-235 (1999) 352-361
- [19] A. NUSAIR KHAN, J. LU. "Behaviour of Air Plasma Sprayed thermal barrier coatings subject to intense thermal cycling". *Surface and coating Tech.* 166 (2003), 37-43.
- [20] SCHLICHTING K.W., PADTURE N.P., JORDAN E.H., GELL M. Failure modes in plasma sprayed thermal barrier coatings *Material Science and Engineering A* 342 (2003) 120-130
- [21] PADTURE N.P., GELL M., JORDAN E.H. *Science* 296 (2002) 280
- [22] RAY A.K., DAS D.K., VENKATARAMAN B., ROY P.K., GOSWAMI B., DAS S.K., PARIDA N., TARAFDER S., CHAUDHURI S., SAHAY S.K., GHOSH R.N. Characterization of rupture and fatigue resistance of TBC superalloy for combustion liners. *Materials Science and Engineering A* 405 (2005) 194-200
- [23] RABIEI A., EVANS A.G. *Acta Materialia* 48 (2000) 3963.
- [24] MILLER R.A., LOWELL C.E. *Thin Solid Films* 95 (1982) 265.
- [25] WU B.C., CHANG E., CHANG S.F., CHAO C.H. *Thin Film Solids* 172 (1989) 185
- [26] EVANS A.G., HE M.Y., HUTCHINSON J.Y. Effect of interface undulations on the thermal fatigue of thin films and scales on metal substrates *Acta Materialia* (45) 1997. 3543-3554.
- [27] CLARKE D.R., POMPE W. *Acta Materialia* 47 (1999) 1749
- [28] HSUEH C.H., BECHER P.F., FULLER E.R., LANGER S.A., CARTER W.C. *Material Science Forum* 308-311 (1999) 442.
- [29] HSUEH C.H., FULLER E.R. *Scripta Materialia* 42 (2000) 781
- [30] EVANS A.G., HE M.Y., HUTCHINSON J.Y. Simulation of stress and delamination in a plasma sprayed thermal barrier system upon thermal cycling. *Materials Science and Engineering A* 345 (2003) 172-178
- [31] VAIDYANATHAN K., GELL M., JORDAN E.H. *Surface and Coatings Technology* 133-134 (2000) 28



- [32] PADTURE N.P., GELL M., KLEMENS P.G. U.S. Patent No. 6,015,630, 2000.
- [33] MALONEY M.J. U.S. Patent No. 6,117,560, 2000.
- [34] VAIDYANATHAN K., GELL M., JORDAN E.H Surface geometry and strain energy effects in the failure of a (Ni,Pt)Al/EB-PVD thermal barrier coating. *Acta Materialia* 52 (2004) 1107-1115
- [35] EVANS A.G., HE M.Y., MUMM D.R. Criteria for the delamination of thermal barrier coatings: with application to thermal gradients. *Surface and Coatings Technology* 185 (2004) 184-193
- [36] MUMM D.R., WATANABE M., KARLSSON A.M., EVANS A.G., PFAENTDNER J.A. *Acta Materialia*, *In Press*
- [37] B.R. LAWN. "Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz". *J.Am.Ceram.Soc.* 81 [8] (1998) 1977-1993.
- [38] CHEN X., HE M.Y., SPITSBERG I., FLECK N.A., HUTCHINSON J.W., EVANS A.G. Mechanisms governing the high temperature erosion of thermal barrier coatings. *Wear* 256 (2004) 735-746
- [39] KUMAR ANISH, SHANKAR VANI, JAYAKUMAR T., SANKARA BHANU RAO K., RAJ BALDEV. "Correlation of microstructure and mechanical properties with ultrasonic velocity in the Ni-based superalloy Inconel 625". *Philosophical Magazine A*, 2002, Vol. 82, No. 13, 2529-2545
- [40] L. LELAIT, S. ALPERINE, R. MEVRE. *J. Mater. Sci* 27 (1992) 5.
- [41] E.G. LEE, R.R. BIEDERMAN, R.D. SISSON. *Mater. Sci. Eng. A* [2] (1989) 467.
- [42] M.Y. HE, A.G. EVANS, J.W. HUTCHINSON. *Acta Mater.* 48 (2000). 2593-2601
- [43] OKAZAKI M., YAMANO H. Mechanisms and mechanics of early growth and debonding crack in an APSed Ni-base superalloy TBCs under cyclic load. *International Journal of Fatigue* 27 (2005) 1613-1622
- [44] M. ESKNER, R. SANDSTRÖM. "Measurement of the elastic modulus of a plasma-sprayed thermal barrier coating using spherical indentation". *Surface and Coatings Technology* 177-178, 2004, p.165-171.
- [45] SWAMINATHAN V.; LOWDEN P., "*Gas Turbines Blade Life Assessment and Repair Guide*", Electric Power Research Institute, Estados Unidos, 1989.
- [46] P.MORAIS. "Propiedades mecánicas de las barreras térmicas". Proyecto de fin de carrera. Universidad Politécnica de Catalunya. (2005).



## VII. APÉNDICES

APENDICE I: Para la obtención de las figuras 4.24 y 4.25 se utilizaron los siguientes valores:

**TABLA 7.1** Resultados de la medición de dureza Vickers para recubrimientos de circona depositada por el método APS sometida a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C

Temperatura (°C)	Ciclos (rpm)	HV (N/mm <sup>2</sup> )	+/- Error
<b>1000</b>	1	399,298026	30,10396123
	500	381,1646182	30,94816536
	1000	417,120024	31,15776487
<b>1200</b>	1	406,207121	24,43096135
	500	359,5852668	60,14971249
<b>25</b>	0	376,6908874	59,62084045

**TABLA 7.2** Resultados de la medición de dureza Vickers para recubrimientos de circona depositada por el método EB-PVD sometida a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C

Temperatura (°C)	Ciclos (rpm)	HV (N/mm <sup>2</sup> )	+/- Error
<b>1000</b>	1	438,4458315	24,55090263
	500	376,9766369	30,26008975
	1000	333,4429689	27,83213921
<b>1200</b>	1	431,7410669	39,80110219
	500	228,66674	11,87669470
<b>25</b>	0	312,3129811	40,62687226

APENDICE II:

La ecuación 1 y 2 fueron utilizadas para calcular la curva esfuerzo-deformación de indentación. A partir de ellas se obtuvo el rango crítico de valores de esfuerzo donde nuclea la banda de cizalladura.

$$P_m = \frac{F}{\pi a_c^2} \quad \text{Ecuación 1}$$

$$\varepsilon = \frac{a_c}{R_i} \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde “ $a_c$ ” corresponde al radio residual de contacto

“ $P_m$ ” es el esfuerzo de indentación

“F” es la carga aplicada

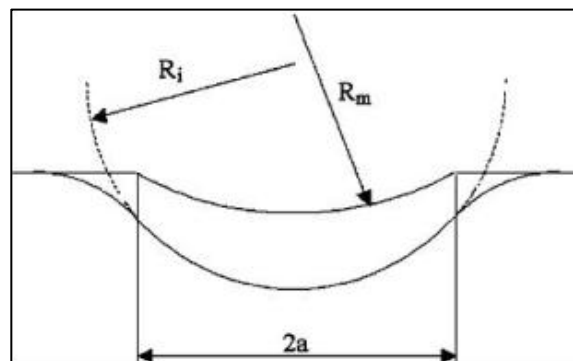
“ $R_i$ ” es el radio del indentador

“ $\varepsilon$ ” es la deformación de indentación



### APENDICE III:

Según Tabor<sup>[44]</sup>, después de la descarga queda una forma esférica pero menos profunda. Esta huella residual tiene un radio de curvatura ( $R_m$ ) más grande que el radio de curvatura del indentador ( $R_i$ ) por lo que el valor del diámetro de contacto ( $2a$ ) entre indentador y el material para carga máxima se encuentra cercano al diámetro de la huella (según la figura siguiente).



**FIGURA 7.1** Perfil del material en carga y descargado.  $R_i$  : radio del indentador.  $R_m$  : radio de curvatura de la huella residual.  $2a$  : diámetro del círculo de contacto<sup>[44]</sup>.

$$a = \left( \frac{3PR^*}{4E^*} \right)^{1/3} \quad \text{Ecuación 3}$$

$$\frac{1}{R^*} = \frac{1}{R_i} + \frac{1}{R_m} \quad \text{Ecuación 4}$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1 - \nu_m^2)}{E_m} + \frac{(1 - \nu_i^2)}{E_i} \quad \text{Ecuación 5}$$

Donde “ $a$ ” corresponde al radio residual de contacto

“ $R_m$ ” es el radio residual de curvatura

“ $R_i$ ” es el radio del indentador

“ $E_i$ ” y “ $E_m$ ” corresponden al módulo elástico del indentador y del material respectivamente

“ $\nu_i$  y  $\nu_m$ ” corresponden al módulo de Poisson del indentador y del material respectivamente



Los valores obtenidos de módulo de Young fueron calculados utilizando los resultados experimentales que se muestran en las tablas 9.3 y 9.4 para el caso de las probetas EB-PVD y APS respectivamente.

**TABLA 7.3** Resultados de la medición de dureza Vickers para recubrimientos de circona depositada por el método EB-PVD sometida a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C

PROBETA: EB-PVD									
Ciclos	r (mm)	P	A	D(Mm)	D(mm)	Presión (MPa)	Deformación (%)	radior (Mm)	radior (mm)
1	0,179	1,1246928	0,10066001	358	0,358	1986,886438	7,16	4721,4	4,7214
100	0,1805	1,1341176	0,10235411	361	0,361	1954,00061	7,22	3933,2	3,9332
10.000	0,1895	1,1906664	0,11281564	379	0,379	1772,80382	7,58	3179,7	3,1797
100.000	0,1946	1,22271072	0,11896975	389,2	0,3892	1681,099564	7,784	3170,7	3,1707
1.000.000	0,1993	1,25224176	0,12478589	398,6	0,3986	1602,745293	7,972	2820,2	2,8202

**TABLA 7.4** Resultados de la medición de dureza Vickers para recubrimientos de circona depositada por el método EB-PVD sometida a tratamientos de fatiga térmica de 1, 500 y 1000 ciclos para 1000°C y 1200°C

PROBETA: APS									
Ciclos	r	P	A	D(Mm)	D(mm)	Presión (MPa)	Deformación (%)	radior (Mm)	radior (mm)
1	0,17295	1,08667944	0,0939706	345,9	0,3459	2128,325139	6,918	21159,8	21,1598
100	0,18725	1,1765292	0,11015255	374,5	0,3745	1815,663883	7,49	9972,2	9,9722
10.000	0,21585	1,35622872	0,14637098	431,7	0,4317	1366,391027	8,634	4664,2	4,6642
100.000	0,21285	1,33737912	0,14233057	425,7	0,4257	1405,179478	8,514	4737,9	4,7379
1.000.000	0,21885	1,37507832	0,15046795	437,7	0,4377	1329,186757	8,754	4318,3	4,3183

#### APENDICE IV<sup>[37]</sup>:

Aquí se demuestra que el esfuerzo máximo de cizalladura es proporcional a la carga aplicada, como se describe en el primer mecanismo de formación de la banda de cizalladura (en donde se propaga la banda con un ángulo crítico de cizalla a partir de una sola columna que es la que siente la mayor concentración de esfuerzos y por un comportamiento cooperativo de columnas se observa la banda de cizalladura)

En este caso:

$$\tau_m = 0.48P_o$$

*Ecuación 6*

Donde  $\tau_m$  corresponde al esfuerzo máximo de cizalla y que se encuentra generalmente a una profundidad igual a la mitad del radio de contacto.  $P_o$  corresponde a la presión aplicada.



$$\frac{\sigma_{zz}}{p_m} = -\frac{3a^2 z^3}{2\sqrt{w}(w^2 + a^2 z^2)} \quad \text{Ecuación 7}$$

$$\frac{\tau_{rz}}{p_m} = -\frac{3a^2 z^2 r \sqrt{w}}{2(w^2 + a^2 z^2)(a^2 + w)} \quad \text{Ecuación 8}$$

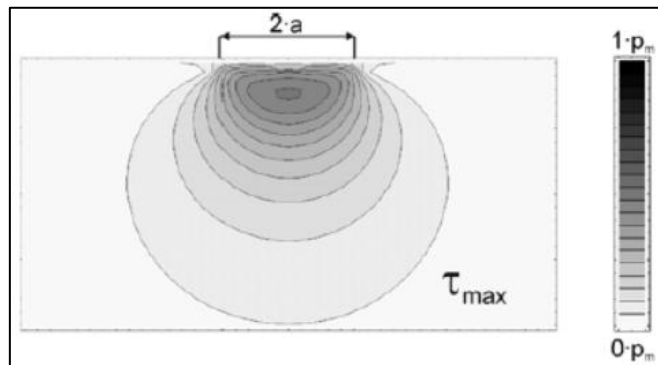
$$\frac{\sigma_{rr}}{p_m} = \frac{3a^2 z^3}{2\sqrt{w}(w^2 + a^2 z^2)} + \frac{a^2(1-2\nu)}{2r^2} \left[ 1 - \frac{z^3}{w^{3/2}} \right] \quad \text{Ecuación 9}$$

$$+ \frac{3z}{2\sqrt{w}} \left[ -2 + \frac{(1-\nu)w}{a^2 + w} + \frac{1}{a}(1+\nu)\sqrt{w} \cdot \arctan \frac{a}{\sqrt{w}} \right] \quad \text{Ecuación 10}$$

$$\frac{\sigma_{\varphi\varphi}}{p_m} = -\frac{a^2(1-2\nu)}{2r^2} \left[ 1 - \frac{z^3}{w^{3/2}} \right] - \frac{3z}{2\sqrt{w}} \left[ 2\nu + \frac{(1-\nu)w}{a^2 + w} - \frac{1}{a}(1+\nu)\sqrt{w} \cdot \arctan \frac{a}{\sqrt{w}} \right] \quad \text{Ecuación 11}$$

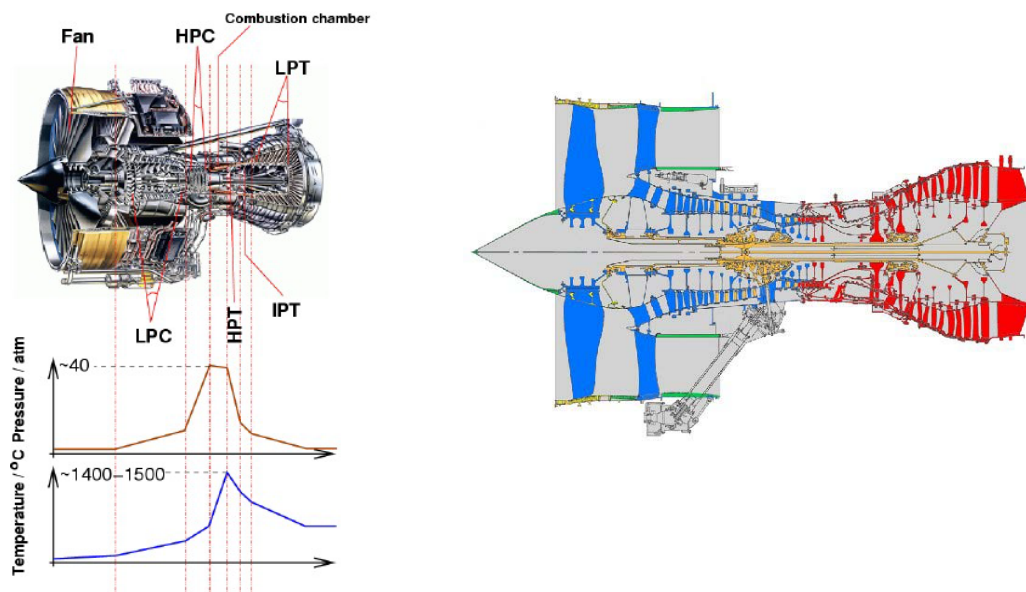
$$\text{wobei: } w \equiv \frac{1}{2} \left( r^2 + z^2 - a^2 + \sqrt{4z^2 a^2 + (z^2 + r^2 - a^2)^2} \right); \quad p_m = \frac{4}{3} \cdot \frac{E^*}{\pi \cdot \sqrt{R}} \cdot \sqrt{h} \quad \text{Ecuación 12}$$

$$\tau_{\max}(r, z) = \frac{1}{2}(\sigma_1 - \sigma_3) = \sqrt{\frac{1}{4}(\sigma_{rr} - \sigma_{zz})^2 + \tau_{rz}^2} \quad \text{Ecuación 13}$$

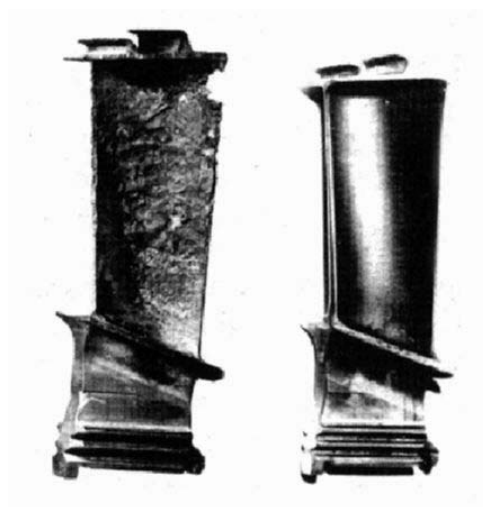


**FIGURA 7.2** Distribución de los esfuerzos de cizalladura en un material elástico<sup>[37]</sup>.

## VIII. ANEXOS



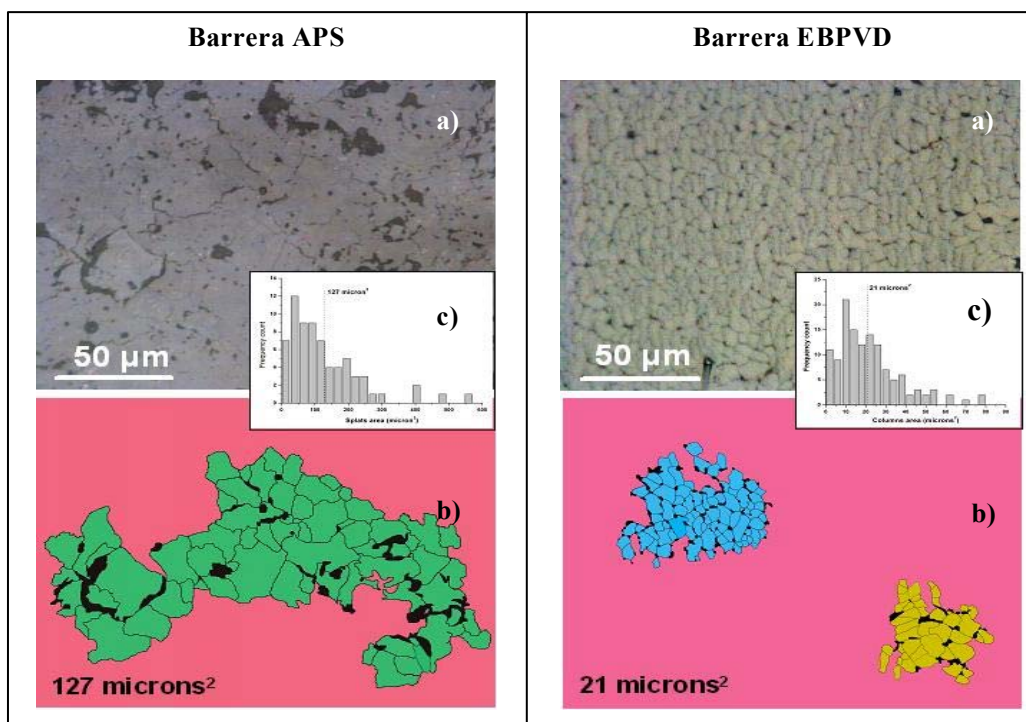
**FIGURA 8.1** Temperaturas alcanzadas en un motor de avión. En azul, partes en titanio por su alta resistencia específica, pero a temperaturas medianas. En rojo, partes en superaleaciones de níquel por su resistencia a alta temperatura. En naranja, partes estáticas del compresor en acero<sup>[5]</sup>



**FIGURA 8.2** Resultado después de 2500 horas de servicio por un alabe sin recubrir y uno con recubrimiento NiAl<sup>[45]</sup>

<b>TGO (<math>\alpha</math>-<math>\text{Al}_2\text{O}_3</math>)</b>	
Módulo de Young $E_0$ (GPa)	350-400
Esfuerzo de Tensión (de crecimiento) $\sigma_{xx}$ (GPa)	0-1
Esfuerzo de Compresión (de desajuste) $\sigma_0$ (GPa)	3-4
Coefficiente de Expansión Térmica $\alpha_0$ ( $^\circ\text{C}^{-1}$ ppm)	8-9
Tenacidad ( $\text{J.m}^{-2}$ )	20
<b>BOND COAT</b>	
Módulo de Young $E_0$ (GPa)	200
Esfuerzo de Fluencia $\sigma_y$ (MPa)	300-900
Coefficiente de Expansión Térmica $\alpha_0$ ( $^\circ\text{C}^{-1}$ ppm)	13-16
<b>TBC (<math>\text{ZrO}_2</math>-<math>\text{Y}_2\text{O}_3</math>)</b>	
Módulo de Young $E_0$ (GPa)	0-100
Tenacidad ( $\text{J.m}^{-2}$ )	1-100
Coefficiente de Expansión Térmica $\alpha_0$ ( $^\circ\text{C}^{-1}$ ppm)	11-13

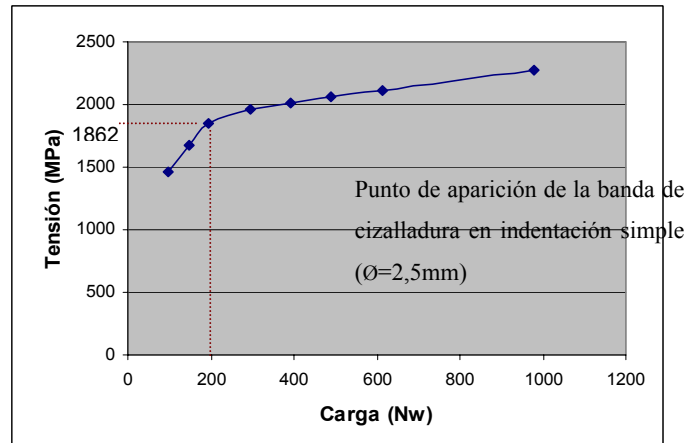
**FIGURA 8.3** Resumen de las propiedades físicas del TGO, Bond Coat y TBC<sup>[8]</sup>



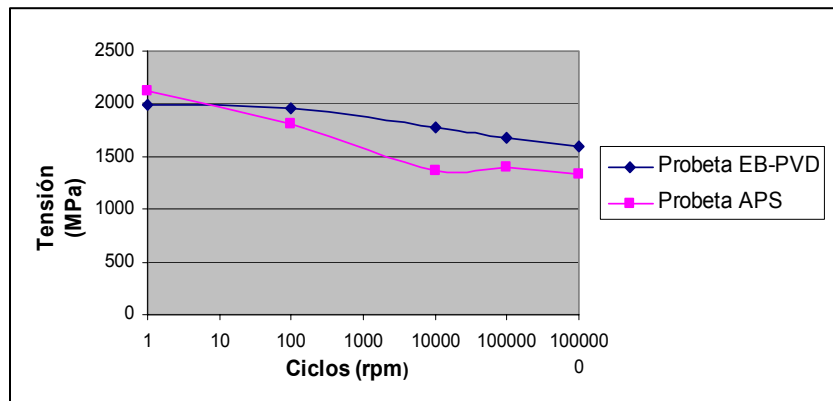
**FIGURA 8.4** (1) a) Micrografía óptica longitudinal de un recubrimiento APS b) Conjunto de splats a partir de la parte (a) donde un splat mide una media de 127  $\mu\text{m}^2$ . c) Gráfico representando la repartición por área de los splats. (2) a) Micrografía óptica longitudinal de un recubrimiento APS b) Dos conjuntos de columnas. Una columna mide una media de 21  $\mu\text{m}^2$ . c) Gráfico representando la repartición por área de las columnas<sup>[46]</sup>.



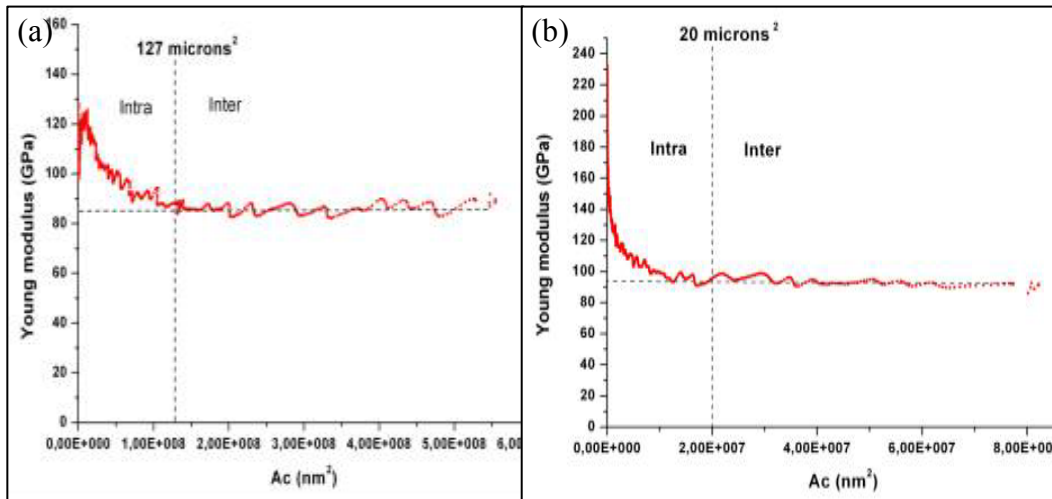




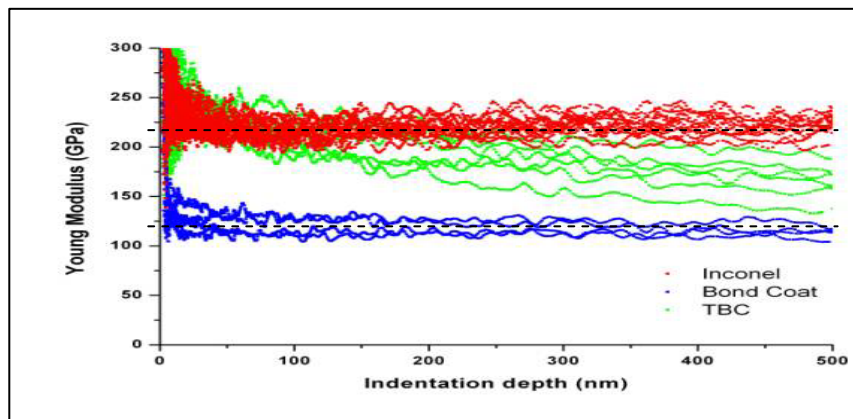
**FIGURA 8.5** Curva de la carga en función de la tensión para los sistemas TBC utilizando un indentador de 2,5mm con diferentes cargas.



**FIGURA 8.6** Curva de tensión vs. número de ciclos para probetas recubiertas por los métodos de APS y EB-PVD después de ser sometida a un ensayo de fatiga por contacto.



**FIGURA 8.7** Curva del módulo de Young en función del área de contacto para recubrimientos térmicos de  $\text{ZrO}_2\text{-8wt\%Y}_2\text{O}_3$  depositados por (a)APS y (b) EB-PVD<sup>[46]</sup>.



**FIGURA 8.8** Curva del módulo de Young de una capa de TBC (NiCoCrAlY) y de Inconel 625 en función de la profundidad de la indentación. Para una indentación transversal, sin tratamiento térmico<sup>[46]</sup>.



## AGRADECIMIENTOS

Antes que nada, agradezco fundamentalmente al Profesor Marc Anglada por haberme permitido integrarme a este grupo de trabajo, con el cual pude aprender nuevas tecnologías, nuevos métodos de trabajo y nuevas personas y sobre todo por haberme brindado la gran oportunidad de realizar este proyecto como estudiante de intercambio y que sin su ayuda no hubiese sido posible su realización.

A mi tutor Yves Gaillard, porque contribuyó de una manera fundamental en la realización de este proyecto, por sus enseñanzas, por su gran dedicación y paciencia, por poder contar con él en todo momento y por constituir para mí un modelo a seguir con su excelente calidad humana y profesional.

A mis Padres, pues me han formado integralmente y han sido siempre mi mayor apoyo a lo largo de mi vida. A mi Madre porque me demuestra cada día su abnegación como madre, su virtuosismo como amiga y genera en mí una enorme admiración como persona. Gracias, eres la mejor! A mi Padre, por su grandes enseñanzas, por su cariño, por su esfuerzo en querer brindar siempre lo mejor y por ser un excelente padre.

A Arnaud, por su apoyo incondicional, por su confianza en mí y su estímulo constante, porque se que siempre estará en las buenas y en las malas. No existe manera de expresar mi más profundo agradecimiento.

A Emilio por haber estado dispuesto a ayudar en todo momento y por su gran simpatía. A Yadir por la colaboración prestada y por alegrar cada día con algo nuevo. A Nuria porque siempre nos hace reír, a Gemma por su encanto y dulzura, a German y Sonia porque siempre transmiten afecto y cordialidad; y a todas las personas del laboratorio que de una u otra forma contribuyeron a que el trabajo se realice de manera más sencilla.

A Miriam, Vincent, Rose, Amaury, Pierre y Flo por su alegría, su amistad durante estos meses, sus esfuerzos por hablarme en castellano!!. Nunca olvidaré todos los momentos que compartimos.

Finalmente, a mi familia y a todos mis amigos, porque han estado dispuestos a dar lo mejor de sí y por siempre estar presentes.

